



Уральский
федеральный
университет

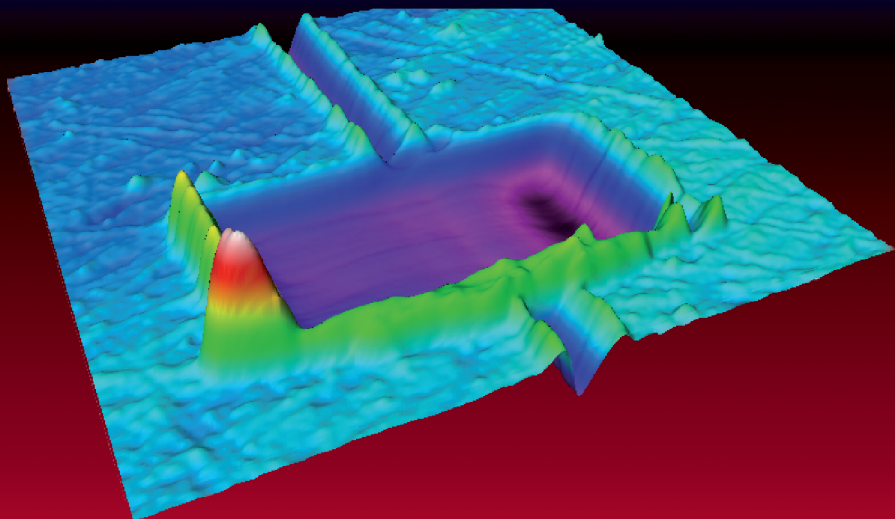
имени первого Президента
России Б.Н.Ельцина

Физико-
технологический
институт

**А. В. ИЩЕНКО
А. С. ВОХМИНЦЕВ
И. И. ОГОРОДНИКОВ
И. А. ВАЙНШТЕЙН**

МЕТОДЫ И ПРИБОРЫ СКАНИРУЮЩЕЙ ЗОНДОВОЙ МИКРОСКОПИИ

Учебное пособие



Министерство образования и науки Российской Федерации

Уральский федеральный университет
имени первого Президента России Б. Н. Ельцина

**А. В. Ищенко, А. С. Voxминцев,
И. И. Огородников, И. А. Вайнштейн**

МЕТОДЫ И ПРИБОРЫ СКАНИРУЮЩЕЙ ЗОНДОВОЙ МИКРОСКОПИИ

Рекомендовано методическим советом
Уральского федерального университета
в качестве **учебного пособия** для студентов вуза,
обучающихся по направлениям подготовки
11.03.04 — Электроника и наноэлектроника,
12.03.01 — Приборостроение, 14.03.02 — Ядерные физика
и технология, 14.05.04 — Электроника и автоматика физических
установок, 28.03.02 — Наноинженерия

Екатеринбург
УрФУ
2017

УДК 537.533.35(075.8)

ББК 22.338я73

М41

Авторы: А. В. Ищенко, А. С. Вохминцев, И. И. Огородников, И. А. Вайнштейн

Рецензенты: директор ИМАШ УрО РАН, завлабораторией микро-механики материалов д-р техн. наук, проф. *С. В. Смирнов*; замдиректора по науч. работе, завлабораторией углеродных наноматериалов ИФМ УрО РАН д-р физ.-мат. наук, чл.-кор. РАН *А. Б. Ринкевич*; завкафедрой физики и математического моделирования Урал. гос. пед. ун-та д-р физ.-мат. наук, проф. *В. Е. Сидоров*

Научный редактор — д-р физ.-мат. наук, проф. *Б. В. Шульгин*

Методы и приборы сканирующей зондовой микроскопии :
М41 учебное пособие / А. В. Ищенко [и др.]. — Екатеринбург :
УрФУ, 2017. — 180 с.

ISBN 978-5-321-02523-9

В учебном пособии представлены основы методов получения изображений в сканирующей зондовой микроскопии (СЗМ). Практическая часть пособия знакомит с устройством зондовых приборов, принципами их работы и режимами настройки. Представлены примеры лабораторных практикумов для обучения основным навыкам работы с оборудованием для СЗМ и со специализированным программным обеспечением, которое позволяет проводить анализ и обработку изображений, полученных при различных режимах работы зондового микроскопа.

Пособие предназначено для бакалавров, магистров и специалистов инженерно-технических и естественно-научных образовательных направлений.

Учебное пособие разработано в научно-образовательном центре «Наноматериалы и нанотехнологии» УрФУ.

Библиогр.: 17 назв. Табл. 2. Рис. 81. Прил. 3.

УДК 537.533.35(075.8)

ББК 22.338я73

ISBN 978-5-321-02523-9

© Оформление. УрФУ, 2017

© Ищенко А. В., Вохминцев А. С.,
Огородников И. И.,
Вайнштейн И. А., 2017

ВВЕДЕНИЕ

Одной из важнейших задач современной физики и материаловедения является исследование поверхности твердых тел. Необходимость в этом возникла в связи с переходом технологий изготовления различных конструкционных и функциональных материалов для областей нано-, микро- и оптоэлектроники на уровень нано- и микроструктурирования, а также формирования различных поверхностей с упорядоченной структурой. С переходом технологических процессов изготовления полупроводниковых приборов на субмикронный и нанометровый уровень поверхность материалов, а не их объем, стали играть определяющую роль в функциональной нагрузке таких современных материалов.

Традиционные методы исследования поверхности, такие как рентгеновская или ионная дифракция, дифракция медленных электронов, электронная оже-спектроскопия, позволяют получать усредненную картину расположения атомов по поверхности образца, но не дают возможности своими глазами увидеть атомную структуру. Все эти методы, работающие только в вакууме, конечно, позволяют разрешать детали нанометрового масштаба, но при этом возможно повреждение образца пучком высокоэнергетических частиц. Кроме того, они не позволяют непосредственно получать информацию о высоте особенностей рельефа поверхности.

Частично эти проблемы удалось решить с помощью сканирующей туннельной микроскопии (СТМ), которая стала первым

сканирующим зондовым методом для анализа поверхностей. Важным принципом, отраженным в названии метода, является метод сканирования, то есть не получение усредненной информации об объекте исследования, а дискретное (от точки к точке, от линии к линии) перемещение зонда и считывание информации в каждой точке. Опыт работы со сверхвысоковакуумными установками позволил получить первые изображения атомных структур поверхности золота и кремния. В конце 1983 года авторы начали изучать возможности нового метода применительно к биологии — рассматривали цепочку ДНК на поверхности углеродной пленки. В 1986 году ученые Г. Биннинг и Г. Рорер были удостоены Нобелевской премии по физике за изобретение туннельного микроскопа. Основной недостаток СТМ — возможность исследования только проводящих образцов — был преодолен в этом же году с разработкой Г. Биннингом, К. Куэйттом и К. Гербером атомно-силового микроскопа (АСМ) как модификации изобретенного ранее туннельного микроскопа. Первый промышленный АСМ был изготовлен в США фирмой Digital Instruments в 1989 году. Атомно-силовой микроскоп позволяет наблюдать рельеф поверхности с высоким пространственным разрешением — несколько ангстрем в плоскости поверхности и доли ангстрем по высоте. При таком разрешении удастся увидеть отдельные молекулы.

К настоящему времени разработано множество методов для сканирующей зондовой микроскопии (СЗМ), которые позволяют исследовать поверхности практически любых образцов, в том числе и непроводящих. Они различаются использованием различных видов силового взаимодействия между зондом и образцом, алгоритмами перемещения зонда вдоль поверхности и способами обработки данных для получения и отображения различных характеристик поверхности. Все это выгодно отличает данный метод от различных вариантов электронной микроскопии и сканирующей туннельной микроскопии, где для выполнения обяза-

тельного условия проводимости поверхности часто приходится прибегать к напылению тонких слоев металла или углерода, что в значительной мере может приводить к деформации изучаемой поверхности. Кроме того, АСМ не требует вакуума и позволяет исследовать образцы даже под слоем жидкости, что особенно важно для изучения биообъектов. Выбор соответствующего способа зависит от задачи исследования, измеряемых параметров, вида образца, морфологических особенностей поверхности, наличия загрязнений и среды, в которой происходит сканирование. Новые поколения сканирующих зондовых микроскопов и коммерческие микроскопы ведущих компаний-производителей, как правило, совмещают методики АСМ, СТМ и множество других.

В данном учебном пособии представлены теоретические и практические основы методов СЗМ, описаны базовые принципы работы с зондовым микроскопом «ФемтоСкан» производства ООО «Перспективные технологии» (Москва, Россия) и системой наномеханических испытаний TI 750 Ubi производства Nysitron (Миннеаполис, США). В разделе «Лабораторный практикум» представлены методические указания к самостоятельному выполнению студентом серии лабораторных работ с использованием вышеупомянутого оборудования. В прил. 1–3 приведена необходимая для этого справочная информация по техническим характеристикам кремниевых кантилеверов различных серий и высокоориентированного пиролитического графита, а также заводские данные по калибровочным константам измерительных преобразователей Nysitron соответственно. Учебное пособие является результатом анализа, переработки и систематизации ряда литературных источников, перечень которых приведен в разделе «Библиографический список». Кроме того, в практической части пособия обобщен опыт проведения лабораторных занятий начиная с 2011 года для студентов инженерно-технических и естественно-научных образовательных направлений в университетском научно-образовательном центре «Наноматериалы и нанотехнологии» УрФУ.

РАЗДЕЛ А. ОСНОВЫ СКАНИРУЮЩЕЙ ЗОНДОВОЙ МИКРОСКОПИИ

1. Методы зондовой микроскопии

Исторически первым, как уже было упомянуто во введении, был изобретен сканирующий туннельный микроскоп. Однако на сегодняшний день более широкое применение для исследования поверхности твердых тел получили изобретенные позднее методы, в основе которых лежат принципы сканирующей атомно-силовой микроскопии. Разновидностей методов АСМ насчитывается более десятка, и каждый по-своему полезен и уникален. Большое разнообразие методик АСМ обусловлено необходимостью в получении большого числа физических параметров, с помощью которых можно максимально подробно охарактеризовать исследуемый объект. Тем не менее основой являются методы контактных, полуконтактных и бесконтактных измерений. Далее мы рассмотрим основные принципы данных методик измерения.

1.1. Основные принципы сканирующей атомно-силовой микроскопии

Принцип действия АСМ основан на использовании сил атомных связей, действующих между атомами вещества. Аналогич-

ные силы действуют и между любыми сближающимися телами. В атомно-силовом микроскопе такими телами служат исследуемая поверхность и скользящее над ней острие.

При приближении зонда к образцу он сначала притягивается к поверхности благодаря наличию наиболее дальнедействующих сил Ван-дер-Ваальса. Эти силы обусловлены тем, что нейтральный изотропный атом может поляризоваться под влиянием электрического поля. Причем даже два нейтральных атома индуцируют друг в друге малые дипольные электрические моменты, когда они находятся достаточно близко друг от друга: движение электронов в электронных оболочках соседних атомов не претерпевает радикального изменения, а только испытывает слабое возмущение (рис. 1.1, *а*). Так как притяжение более близких друг к другу противоположных зарядов увеличивается при сближении сильнее, чем отталкивание далеких одноименных зарядов, то результатом будет притяжение атомов друг к другу.

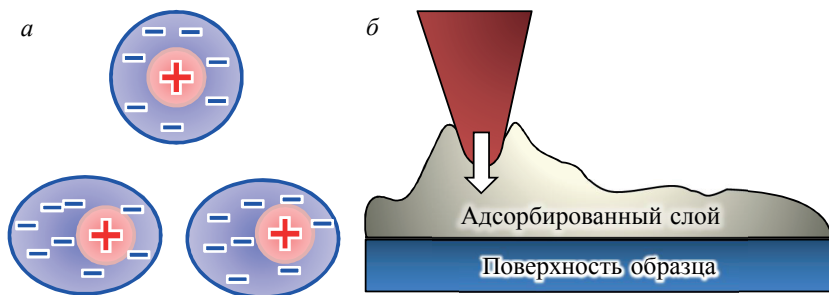


Рис. 1.1. Притяжение двух атомов благодаря силам Ван-дер-Ваальса (*а*), притяжение зонда к поверхности за счет капиллярных сил (*б*)

Если на поверхности образца имеется адсорбированный слой, то при соприкосновении зонда с его поверхностью возникает притяжение за счет капиллярных сил (рис. 1.1, *б*). Притягивающие

силы могут быть обусловлены также электростатическим взаимодействием.

При дальнейшем уменьшении расстояния возникают силы отталкивания. Когда расстояние между зондом и образцом станет меньше среднего межатомного расстояния, то начнется перекрытие электронных оболочек ближайших атомов, в результате чего электроны первого атома стремятся частично занять состояния второго. В результате действия принципа запрета Паули они вынуждены занимать состояния с более высокой энергией. Увеличение энергии системы двух взаимодействующих атомов приводит к появлению отталкивающей силы.

При еще большем сближении атомов доминирующей становится кулоновская сила отталкивания ядер.

В общем виде зависимость силы межатомного взаимодействия F от расстояния между атомами R имеет вид

$$F(R) = -\frac{a}{R^m} + \frac{b}{R^n}.$$

Константы a и b и показатели степени m и n зависят от сорта атомов и типа химических связей. Для притягивающих сил Ван-дер-Ваальса $m = 7$, для кулоновской силы $n \approx 2$. Качественно зависимость $F(R)$ показана на рис. 1.2.

В зависимости от знака силы, действующей между зондом и образцом, различают контактный, бесконтактный и прерывисто-контактный (полуконтактный) способы проведения силовой микроскопии. Использование контактного способа предполагает, что зонд упирается в образец и находится в области действия сил отталкивания. При использовании неконтактного способа зонд удален от поверхности и находится в области действия дальнедействующих притягивающих сил. В полуконтактном режиме зонд частично касается поверхности, находясь попеременно как в области притяжения, так и в области отталкивания.

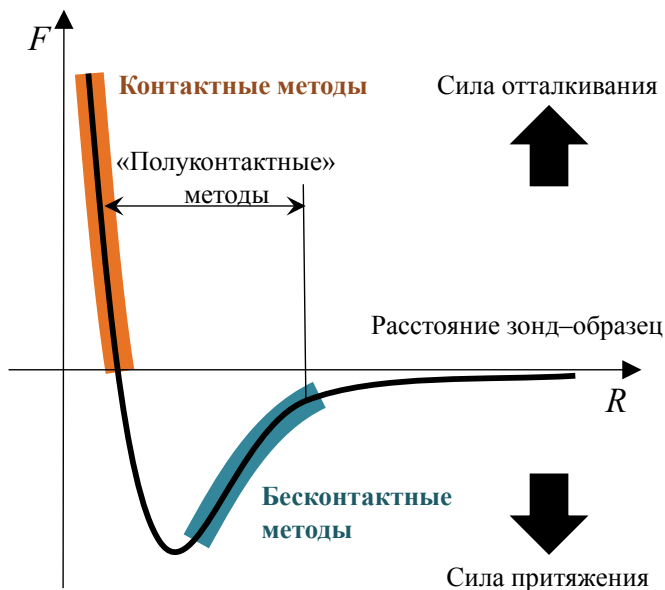


Рис. 1.2. Зависимость взаимодействия между иглой и образцом от расстояния

Перечисленные способы измерений обладают определенными достоинствами и недостаткам. Контактный способ измерений наиболее удобен с точки зрения детектирования силового взаимодействия, так как величины сил отталкивания в области контакта могут значительно превышать величины сил притяжения. Однако при его использовании существует опасность возникновения нарушений структуры поверхности образца и быстрого износа или поломки зонда. При бесконтактном способе измерений разрушение образца отсутствует, однако малы измеряемые сигналы. Поэтому наиболее часто для визуализации различных свойств поверх-

ности в силовой микроскопии используется «полуконтактный» способ исследования. При этом воздействие зонда на поверхность минимально, а измеряемые сигналы достаточны для их надежного детектирования. Дополнительным преимуществом этого способа является отсутствие латеральных сил воздействия на исследуемую поверхность, что существенно уменьшает искажения получаемых изображений.

1.1.1. Контактные методики АСМ

Исторически первой и широко используемой методикой работы в атомно-силовой микроскопии является контактная методика. В ней кантилевер (гибкая балка) скользит по поверхности образца в условиях механического контакта, вследствие чего существует опасность возникновения повреждения поверхности образца и быстрого износа или даже поломки зонда. Поэтому для измерений используют кантилеверы, имеющие низкую жесткость — ниже фактической константы силы, удерживающей атомы образца вместе. Обычно в контактном режиме применяют тонкопленочные V-образные кантилеверы из Si_3N_4 с пирамидальными зондами. Такие кантилеверы имеют упругую константу $k = 0.03 \dots 1 \text{ Н/м}$.

По мере того как сканер плавно ведет зонд над образцом (или образец над зондом), отталкивающая сила F вызывает изгиб кантилевера x в соответствии со своей топографией. При малых изгибах кантилевера соотношение между этими величинами определяется законом Гука

$$F = -kx. \quad (1.1)$$

Величина изгиба регистрируется, как правило, с помощью оптической системы, состоящей из полупроводникового лазера и четырехсекционного (квадрантного) фотодиода. Оптическая система АСМ юстируется таким образом, чтобы излучение лазе-

ра фокусировалось на конце кантилевера, а отраженный луч попадал в центр фотодетектора. При изгибе кантилевера под действием контактных сил отраженный от него луч лазера смещается относительно центра фотодетектора. Таким образом, отклонение кантилевера может быть определено по относительному изменению освещенности верхней и нижней половинок фотодетектора. На такой оптической системе регистрации сейчас основано действие большинства современных зондовых микроскопов.

Недостаток контактных АСМ-методик — непосредственное механическое взаимодействие зонда с поверхностью. Это часто приводит к поломке зондов и разрушению образцов в процессе сканирования. Кроме того, контактные методики практически непригодны для исследования образцов, обладающих малой механической жесткостью, таких как структуры на основе органических материалов и биологические объекты. При исследовании мягких и легко разрушающихся образцов рекомендуется перейти на полуконтактный режим АСМ.

Режимы постоянной и переменной силы

Изображение топографии поверхности в контактном режиме может быть получено в 2-х режимах: режиме постоянной силы и режиме переменной силы (или постоянного отклонения), которые используются для сканирования поверхностей с различными масштабами неровностей.

При сканировании образца в режиме постоянной силы ($F_z = \text{const}$) система обратной связи поддерживает постоянной величину изгиба кантилевера, а следовательно, и силу взаимодействия зонда с образцом (рис. 1.3). При этом управляющее напряжение в петле обратной связи, подающееся на Z -электрод сканера, будет пропорционально рельефу поверхности образца.

Режим постоянной силы используется, если размер неровностей на поверхности образца превышает 1 нм.

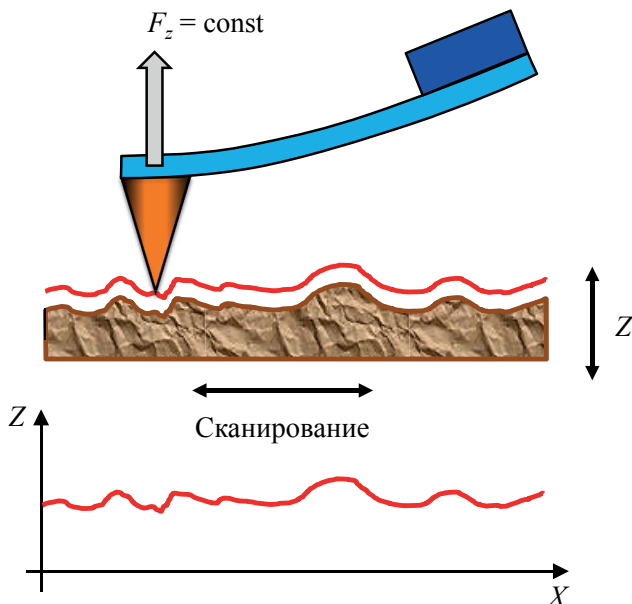


Рис. 1.3. Формирование АСМ-изображения при постоянной силе взаимодействия зонда с образцом

В режиме переменной силы ($Z = \text{const}$) сканирование происходит при постоянной высоте укрепленного на сканере конца кантилевера над поверхностью образца. В этом случае зондовый датчик движется на некоторой средней высоте $Z_{\text{ср}}$ над образцом (рис. 1.4), при этом в каждой точке регистрируется изгиб консоли ΔZ , пропорциональный силе, действующей на зонд со стороны поверхности. АСМ-изображение в этом случае характеризует пространственное распределение силы взаимодействия зонда с поверхностью.

Режим переменной силы используется для сканирования очень маленьких (не более 10×10 нм) моноатомно гладких обла-

стей (образцы с малыми — порядка единиц ангстрем — перепадами высот рельефа). Этот режим используется для исследования строения поверхностных атомных сеток и моноатомных ступеней на поверхности кристаллов.

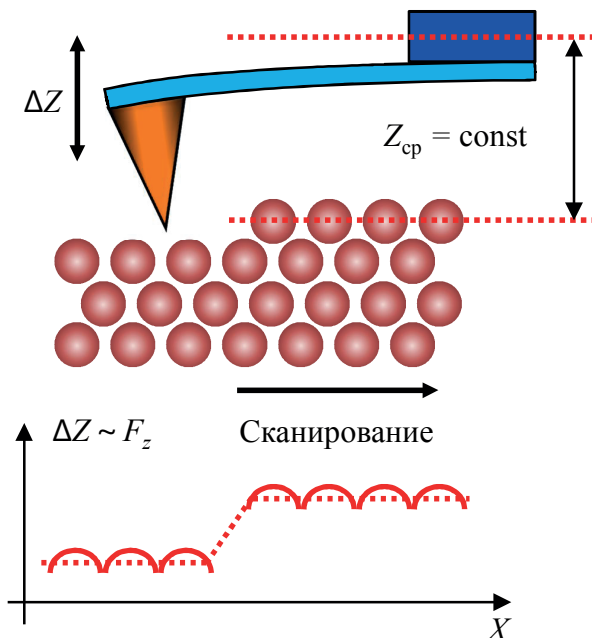


Рис. 1.4. Формирование АСМ-изображения при постоянном расстоянии между зондовым датчиком и образцом

Микроскопия латеральных сил

Кроме топографии поверхности, в контактном режиме можно получить информацию о трибологических свойствах поверхности образца в нанометровом масштабе размеров, используя канал регистрации латеральной силы, действующей на зонд в процессе сканирования (микроскопия латеральных сил, МЛС (*Lateral Force*

Mode, *LFM*)), и карту распределения твердости поверхности с помощью модуляционной методики (*Z*-модуляция).

В методе МЛС исследуются силы трения между поверхностью и скользящим по ней зондом. Принцип работы МЛС-сенсора подобен принципу работы АСМ-сенсора в режиме переменной силы, когда изображение поверхности формируется путем регистрации разностного сигнала между верхним и нижним секторами фотодетектора (*T–B*). Для получения карты распределения латеральных сил выделяется разностный сигнал левого и правого секторов фотодетектора (*L–R*). В процессе сканирования на зонд действует сила трения со стороны поверхности образца

$$F_{тр} = \mu N, \quad (1.2)$$

где μ — локальный коэффициент трения; N — сила реакции, действующая на зонд со стороны образца.

Кантилевер испытывает деформацию кручения в вертикальной плоскости, что приводит к разбалансу освещенности левого и правого секторов фотодетектора (рис. 1.5). Чем больше коэффициент трения μ между зондом и участком поверхности, которого непосредственно касается зонд, тем больше изгиб кантилевера и тем больше разностный сигнал *L–R*. Таким образом, участки с большим коэффициентом трения на СЗМ-изображении выглядят светлыми, а с меньшим — темными. Обычно канал МЛС включается одновременно с исследованием топографии, сигнал от всех секторов фотодетектора регистрируется одновременно.

Необходимо подчеркнуть, что значения локального коэффициента трения μ в выражении (1.2) могут существенно отличаться от известных значений коэффициентов сухого трения различных материалов, приведенных в справочниках, вследствие принципиально различных механизмов сухого трения поверхностей макроскопических тел и взаимодействия зонда с образцом. В первом случае существенную роль в возникновение силы трения играет зацепление микроскопических неровностей на поверхности.

Во втором случае размер области контакта зонда с поверхностью, в зависимости от прижимающей силы N , составляет $0,1\text{--}1\text{ нм}$, т.е. намного меньше обычного размера неровностей.

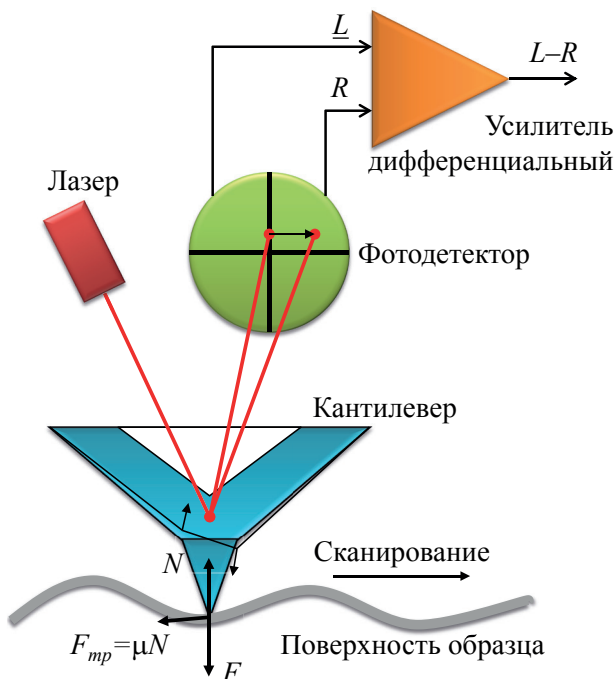


Рис. 1.5. Схема работы МЛС-сенсора

Режим Z-модуляции

В этом режиме на Z-пьезопривод, кроме постоянного напряжения, обеспечивающего перемещение зонда по вертикали и отслеживание топографии, подается переменная составляющая частотой около 5 кГц , значительно меньшей собственной резонансной частоты кантилевера, так что зонд совершает колебания по вертикали с амплитудой $1\text{--}4\text{ нм}$ (зонд как бы пробует поверхность под ним на податливость).

На зонд, таким образом, действует переменная сила, пропорциональная упругости материала образца, приводящая к отклонению кантилевера из равновесного положения и к возникновению переменной составляющей разностного сигнала $T-B$. Эта переменная составляющая выделяется, детектируется и подается в канал Z -модуляции, из которого формируется изображение карты микротвердости поверхности.

Если поверхность образца мягкая, зонд проникает в образец без затруднений. В этом случае движение Z -пьезопривода и кантилевера будет иметь примерно одинаковую амплитуду, так что разностный сигнал на фотодиоде окажется мал (рис. 1.6, *а*). При сканировании поверхности твердого образца, зонд будет испытывать сопротивление при внедрении в образец и кантилевер будет сильно выгибаться, что приведет к увеличению разностного сигнала на фотодиоде (рис. 1.6, *б*). Таким образом, изменение твердости поверхности вызовет изменение амплитуды. Высокой амплитуде будет соответствовать более твердая поверхность (светлые участки), а низкой амплитуде — более мягкая поверхность (темные участки). По карте микротвердости можно различить контраст, обусловленный разным фазовым составом приповерхностного слоя образца.

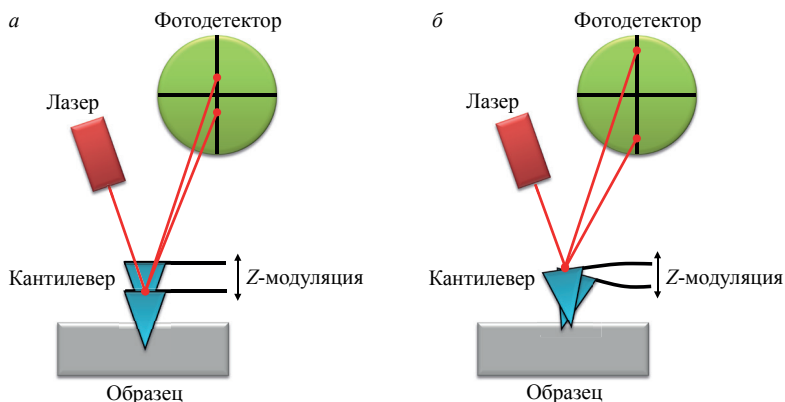


Рис. 1.6. Изменение положения кантилевера в режиме Z -модуляции:

а — в случае мягкого образца; *б* — в случае твердого образца

Следует отметить, что в данной методике амплитуда модуляции по Z мала, так что зонд колеблется внутри области сил отталкивания. Это позволяет одновременно получать данные контактной моды сканирования АСМ (топография) для исследования рельефа поверхности образца и карту распределения микротвердости поверхности образца, используя канал Z -модуляции.

Атомно-силовая спектроскопия

Одним из эффективных методов СЗМ является атомно-силовая спектроскопия (АСС). В ее основе лежит регистрация силовых кривых, которые отражают отклонение кантилевера при взаимодействии вершины зонда с поверхностью. Анализ таких кривых позволяет получать данные об адгезионных и упругих свойствах поверхности.

Силовые кривые, снимаемые с помощью АСМ, представляют собой зависимость отклонения d кантилевера от перемещения по вертикали пьезосканера Z . Чтобы измерить отклонение кантилевера, лазерный пучок фокусируют на свободном конце кантилевера и отраженный луч направляют в чувствительный фотодетектор.

Данные, приходящие с микроскопа, представляют собой график зависимости электрического напряжения на фотодетекторе от вертикального положения пьезосканера. С помощью калибровки кривой в области, где образец и зонд находятся в контакте, напряжение в вольтах конвертируется в отклонение кантилевера в нанометрах. Силу взаимодействия F определяют по закону Гука (1.1).

В результате получается кривая зависимости силы F от перемещения по вертикали пьезосканера Z . Эта кривая отличается от необходимой для дальнейшего анализа силовой кривой. Смещение пьезосканера фактически является расстоянием между уровнем поверхности и уровнем, на котором находился бы зонд недеформированного кантилевера. Реальное расстояние между зондом и образцом складывается из смещения пьезосканера и отклонения. Рассмотрим различные участки силовой кривой (рис. 1.7).

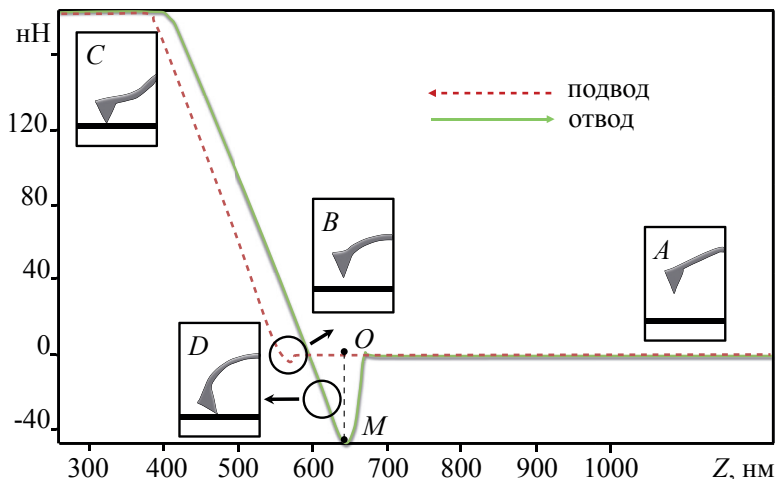


Рис. 1.7. Типичная силовая кривая, записанная с помощью АСМ

Поскольку силы, действующие на зонд, отличаются при его движении по направлению к образцу и от образца, силовые кривые разделены на кривые подвода (пунктирная кривая) и отвода (сплошная кривая). При большом расстоянии между зондом и образцом сила взаимодействия равна нулю (А). При приближении к поверхности кантилевер может отклоняться вниз, к образцу, за счет сил притяжения (В) до тех пор, пока зонд не придет в контакт. Это произойдет, когда градиент сил притяжения станет больше суммы жесткости кантилевера и градиента сил отталкивания (С). Часть кривой, описывающая приближение зонда к образцу, может быть использована для определения различных поверхностных сил, включая силы Ван-дер-Ваальса, электростатические и стерические силы. При увеличении силы в контактном режиме, форму силовой кривой можно аппроксимировать прямой, по которой можно получить информацию о низкоэластичных свойствах исследуемого образца. В заключение опишем участок сило-

вой кривой, когда зонд отводят от исследуемой поверхности (D). В этом случае часто наблюдается гистерезис, характеризующийся величиной отрезка OM (рис. 1.7) и связанный с так называемыми силами адгезии. Этой частью силовой кривой можно воспользоваться для анализа энергии твердых тел и для измерения силы связывания или ассоциации с отдельными биомолекулами.

Анализ силовых кривых может дать множество полезной информации об образце (см. рис. 1.8). По силовой кривой, полученной при отводе кантилевера, можно измерить силу адгезии между кантилевером и образцом. По наклонному участку силовой кривой, который соответствует механическому контакту кантилевера и образца, можно оценить жесткость исследуемого объекта: на мягких образцах этот участок плавный, на жестких образцах — прямой.

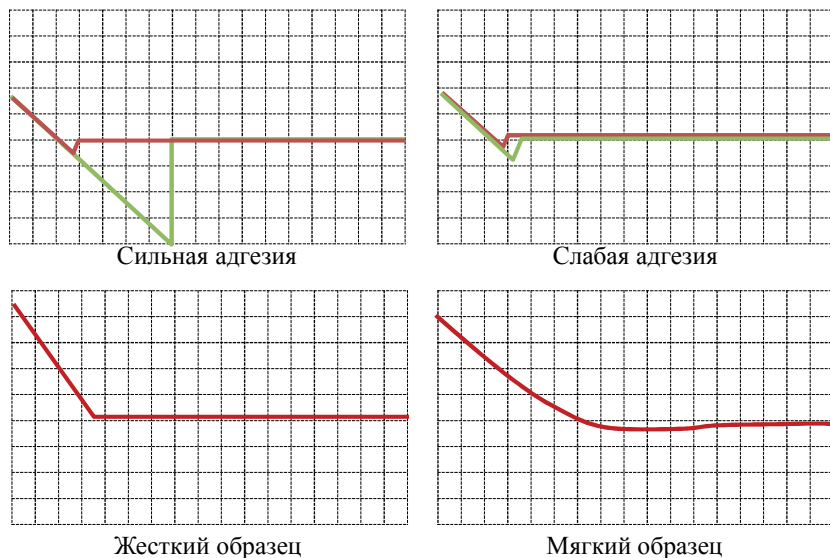


Рис. 1.8. Примеры силовых кривых

1.1.2. Колебательные методики АСМ

Основным недостатком контактных АСМ-методик является непосредственное механическое взаимодействие зонда с поверхностью. Это часто приводит к разрушению поверхности образцов и поломке зондов. Кроме того, контактные методики практически непригодны для исследования образцов, обладающих малой механической жесткостью (структуры на основе ряда органических материалов и многие биологические объекты), а также образцов с сильно развитым рельефом поверхности. Для исследования таких образцов применяются колебательные методики АСМ, основанные на регистрации параметров взаимодействия, колеблющегося кантилевера с поверхностью. Данные методики позволяют существенно уменьшить механическое воздействие зонда на поверхность в процессе сканирования. Кроме того, развитие колебательных методик существенно расширило арсенал возможностей АСМ по измерению различных свойств поверхности образцов.

Вынужденные колебания кантилевера

Точное описание колебаний кантилевера зондового датчика АСМ представляет собой сложную математическую задачу. Однако основные процессы, происходящие при взаимодействии колеблющегося кантилевера с поверхностью, можно понять на основе простейших моделей, в частности, с помощью модели сосредоточенной массы. В нашем случае модель выглядит следующим образом (рис. 1.9).

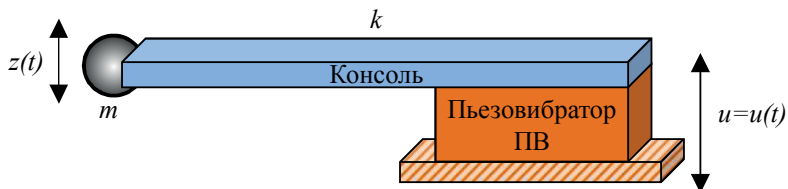


Рис. 1.9. Модель зондового датчика в виде упругой консоли с массой на конце

Представим кантилевер в виде упругой консоли (с жесткостью k) с сосредоточенной массой m на одном конце. Другой конец консоли закреплен на пьезовибраторе (ПВ). ПВ совершает гармонические колебания с частотой ω

$$u = u_0 \cos(\omega t) .$$

Рассмотрим подробнее резонансные режимы работы зондового микроскопа в рамках представленной выше модели.

Бесконтактный режим колебаний кантилевера АСМ

При использовании бесконтактного способа зонд удален от поверхности и находится в области действия дальнедействующих притягивающих сил. Силы притяжения и их градиенты слабее отталкивающих контактных сил. Поэтому для их детектирования обычно используется модуляционная методика. Для этого с помощью пьезовибратора кантилевер раскачивается по вертикали на его резонансной частоте. Вдали от поверхности амплитуда колебаний кантилевера имеет максимальную величину порядка 1 нм. По мере приближения зонда к поверхности на кантилевер начинает действовать дополнительная сила со стороны образца. При вандерваальсовом взаимодействии это соответствует области расстояний между зондом и образцом, где действует сила притяжения. Вследствие действия градиента сил притяжения резонансная частота колебаний кантилевера изменяется, при этом уменьшается амплитуда его колебаний. Таким образом, наличие силы взаимодействия зонда с поверхностью образца приводит к дополнительному сдвигу амплитудно-частотной (АЧХ) и фазочастотной характеристик (ФЧХ) системы (рис. 1.10).

Амплитудно-частотная характеристика системы

$$A(\omega) = \frac{u_0 \omega_0^2}{\sqrt{\left(\omega_0^2 - \omega^2 - \frac{F'_z}{m} \right)^2 + \frac{\omega^2 \omega_0^2}{Q^2}}}$$

и фазочастотная характеристика системы

$$\varphi(\omega) = \arctg \left(\frac{\omega\omega_0}{Q \left(\omega_0^2 - \omega^2 - \frac{F'_z}{m} \right)} \right),$$

где ω — частота вынуждающих колебаний пьезовибратора; ω_0 — собственная резонансная частота колебаний зонда; Q — добротность, зависящая от внешней среды (воздух, жидкость или вакуум); F'_z — градиент силы.

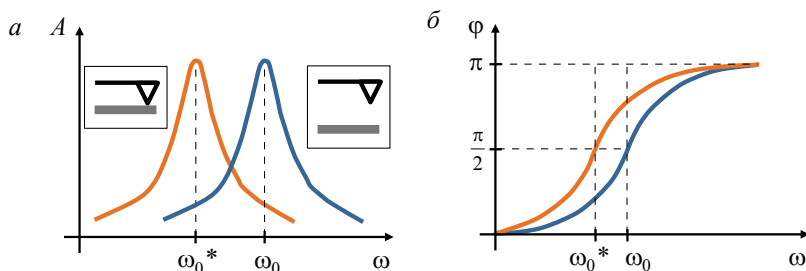


Рис. 1.10. Изменение АЧХ (а) и ФЧХ (б) кантилевера под действием силы: ω_0 — резонансная частота диссипативной системы; ω_0^* — резонансная частота в присутствии внешней силы

«Полуконтактный» режим колебаний кантилевера АСМ

Регистрация изменения амплитуды и фазы колебаний кантилевера в бесконтактном режиме требует высокой чувствительности и устойчивости работы обратной связи. На практике чаще используется так называемый «полуконтактный» режим колебаний кантилевера (иногда его называют прерывисто-контактным или резонансным режимом, а в иностранной литературе — «intermittent contact» или «tapping mode» режимы). При работе в этом режиме возбуждаются вынужденные колебания кантилевера вблизи резонанса

с амплитудой порядка 10–100 нм. Кантилевер подводится к поверхности так, чтобы в нижнем полупериоде колебаний происходило касание поверхности образца (это соответствует области отталкивания на графике зависимости силы от расстояния — рис. 1.11).

При сканировании образца регистрируется изменение амплитуды и фазы колебаний кантилевера. Взаимодействие кантилевера с поверхностью в «полуконтактном» режиме состоит из вандерваальсового взаимодействия, к которому в момент касания добавляется упругая сила, действующая на кантилевер со стороны поверхности.

Характерные особенности данного режима сходны с особенностями бесконтактного режима: амплитуда и фаза колебаний кантилевера зависят от степени взаимодействия поверхности и зонда в нижней точке колебаний кантилевера. Поскольку в нижней точке колебаний зонд механически взаимодействует с поверхностью, то на изменение амплитуды и фазы колебаний кантилевера в этом режиме существенное влияние оказывает локальная жесткость поверхности образцов.

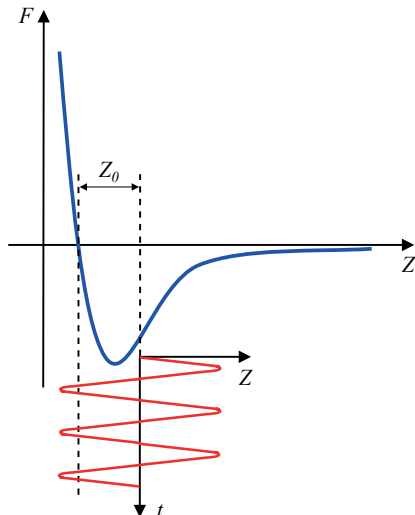


Рис. 1.11. Выбор рабочей точки при «полуконтактном» режиме колебаний кантилевера

Формирование АСМ-изображения поверхности в режиме колебаний кантилевера происходит следующим образом. С помощью пьезовибратора возбуждаются колебания кантилевера на частоте близкой к резонансной частоте кантилевера с амплитудой A . При сканировании система обратной связи АСМ поддерживает постоянной амплитуду колебаний кантилевера на уровне A_0 . Напряжение в петле обратной связи (на Z -электроде сканера) записывается в память компьютера в качестве АСМ-изображения рельефа поверхности.

Фазовый контраст

В результате взаимодействия зонда с поверхностью образца происходит сдвиг не только частоты, но и фазы колебаний. Если отдельные участки поверхности имеют различные свойства, то изображение будет иметь дополнительный контраст, зависящий от природы материала на отдельных участках. Он проявляется в изменении фазы колебаний зонда, в то время как амплитуда колебаний отражает топографию поверхности.

Поскольку детектирование фазы колебаний возможно одновременно с получением топографии поверхности при амплитудном детектировании положения зонда в обратной связи, постольку из сравнения амплитудного и фазового изображений возможно получить информацию о фазовом составе образца (так называемый фазовый контраст, рис. 1.12).

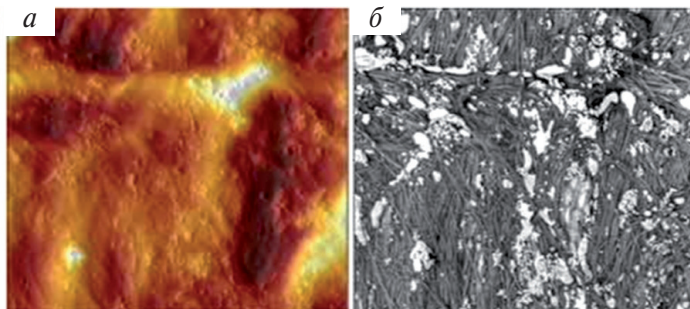


Рис. 1.12. Топография (а) и фазовое изображение (б) поверхности трехкомпонентной системы полимеров. Размер области — 5×5 мкм

1.2. Основы сканирующей туннельной микроскопии

Сканирующий туннельный микроскоп применяют для исследования проводящих поверхностей. Изображения, которые получают с помощью этого микроскопа, дают информацию о пространственном распределении плотности электронных состояний вблизи поверхности.

История создания туннельной микроскопии началась в 1928 году, когда наш соотечественник Г.А. Гамов впервые описал процесс прохождения через потенциальный барьер микрочастицы, энергия которой меньше потенциальной энергии этого барьера. Новое явление было названо туннелированием. *Туннельный эффект* — квантовое явление проникновения микрочастицы из одной доступной области движения в другую, отделенную от первой потенциальным барьером.

Если взять два проводящих тела, расположить их на достаточно близком расстоянии друг от друга и приложить к ним определенную разность потенциалов, то между этими телами без взаимопроникновения атомов возникает туннельный электрический ток. При расстояниях между телами на уровне десятков нанометров это будет ток полевой эмиссии, причем его величина довольно существенно будет зависеть от расстояния между ними. Этот эффект был использован Р. Янгом, сотрудником Национального института стандартов США, для создания токового профилометра*. Остроконечный металлический зонд подводился к исследуемой поверхности проводящего образца, пока между ними не начинал протекать ток полевой эмиссии заданной величины. После этого зонд начинал сканировать поверхность образца, при этом электромеханическая система обратной связи поддерживала заданную величину тока. Поскольку величина тока резко зависела от расстояния зонд — поверхность, то в про-

* Прибор, предназначенный для измерения неровностей поверхности.

цессе сканирования зонд перемещался вдоль поверхности с высокой точностью. Управляющие сигналы системы в процессе сканирования использовались для построения изображения рельефа поверхности. Данное устройство, названное Р. Янгом *Tорографіner*, позволило достичь разрешения по оси Z на уровне 3 \AA . В результате исследований Р. Янг с соавторами указали, что использование туннельного тока вместо тока полевой эмиссии, который сильнее зависит от расстояния зонд — поверхность, позволит достичь гораздо большего пространственного разрешения.

После этого открытия ученые задались вопросом: что будет, если повторить предыдущий опыт, но к поверхности интересующего тела поднести острый предмет? В результате проведенных экспериментов выяснилось, что с помощью очень тонкой иглы с толщиной ее острия в один атом можно получать информацию о строении материи изучаемого объекта на атомарном уровне.

Практически через 50 лет после открытия туннельного эффекта, в 1979 году, швейцарские ученые Г. Биннинг и Г. Рорер, работающие в лаборатории Цюрихского отделения IBM, предложили новый принцип работы с физическими объектами — сканирующий зондовый микроскоп (СЗМ). Причем исходная идея была не в создании микроскопа, а в осуществлении спектроскопических исследований участков поверхности размером менее 100 \AA . Вскоре исследователи поняли, что могут создать не только локальный спектроскопический зонд, но и получать сканированием спектроскопические и топографические изображения поверхности.

Таким образом, открывалась возможность создания нового типа микроскопа. Через 27 месяцев после разработки концепции сканирующего туннельного микроскопа (СТМ) он был создан. Принцип работы такого прибора заключался в том, что зонд под-

водили к исследуемой поверхности на очень близкое расстояние (доли ангстрема), между зондом и образцом подавали постоянное напряжение, вследствие чего между ними возникал туннельный ток. Его величина сильно зависела от промежутка зонд — образец и поддерживалась постоянной с помощью следящей системы, то опускающей, то поднимающей сканер в зависимости от рельефа исследуемой поверхности. Информацию об этом перемещении отслеживал компьютер, и после ее программной обработки можно было увидеть поверхность образца.

Опыт работы со сверхвысоковакуумными установками позволил получить первые изображения атомных структур — поверхности золота Au и структуры поверхности кремния Si. В конце 1983 года авторы начали изучать возможности нового метода применительно к биологии — рассматривали цепочку ДНК на поверхности углеродной пленки. Первые СТМ работали в условиях вакуума при пониженных температурах. В 1984 году появились первые сообщения об исследованиях при атмосферном давлении, в дистиллированной воде, в солевых растворах. В 1986 году ученые Г. Биннинг и Г. Рорер были удостоены Нобелевской премии по физике за изобретение СТМ.

Принцип работы СТМ основан на явлении туннельного эффекта. Туннельный эффект заключается в том, что микрочастица (электрон) может преодолевать потенциальный барьер, образованный при разрыве электрической цепи, — небольшой промежуток между острием зонда и поверхностью образца — в случае, когда его полная энергия меньше высоты барьера (рис. 1.13).

Туннельный эффект возможен только в рамках квантовой механики и невозможен в рамках механики классической, так как при туннелировании возможно прохождение частицы сквозь область пространства, пребывание в которой запрещено классической механикой.

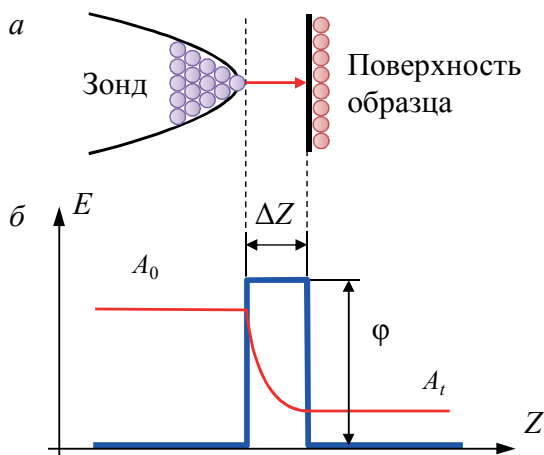


Рис. 1.13. Схема туннелирования электронов через потенциальный барьер в туннельном микроскопе:

a — движения электронов в системе «зонд — образец»;
б — энергетическая диаграмма туннельного переноса

Для понимания явления туннелирования необходимо помнить соотношение неопределенности Гейзенберга, по которому невозможно одновременно точно определить координату и импульс частицы одновременно:

$$\Delta x_i \Delta p_i \geq \frac{\hbar}{2},$$

где Δx_i — величина среднеквадратического отклонения координаты; Δp_i — величина среднеквадратического отклонения импульса; \hbar — приведенная постоянная Планка. Поэтому малая неопределенность координаты частицы (до толщины барьера) приводит к высокой неопределенности ее импульса Δp_i . Случайным образом неопределенность импульса может добавить частице энергии, что приводит к некоторой вероятности прохождения частицы сквозь потенциальный барьер.

Для того чтобы вычислить вероятность нахождения частицы за потенциальным барьером, необходимо решить уравнение Шредингера

$$-\frac{\hbar}{2m} \frac{\partial^2 \psi_n(z)}{\partial z^2} + U(z) \psi_n(z) = E \psi_n(z),$$

где m — масса частицы; z — координата; $U(z)$ — потенциальная энергия; E — полная энергия.

Пусть имеется движущийся электрон с энергией E , на пути которого встречается энергетический барьер высотой $U(z)$, тогда волновая функция электрона описывается уравнением перемещения волны

$$\psi_n(z) = \psi_n(0) e^{\pm ikz},$$

где $k = \frac{\sqrt{2m(E - U(z))}}{\hbar}$ если $E > U(z)$, что справедливо для волно-

вой функции внутри зонда или образца. Внутри барьера между иглой и образцом $E < U(z)$ и волновая функция электрона описывается уравнением затухающей волны

$$\psi_n(z) = \psi_n(0) e^{\mp i\chi z},$$

где χ — коэффициент затухания волны внутри барьера,
 $\chi = \frac{\sqrt{2m(U(z) - E)}}{\hbar}$.

Зная волновую функцию, можно вычислить плотность вероятности нахождения электрона в некоторой области. В случае туннелирования при приложении разности потенциалов V появляется вероятность нахождения электрона в области барьера или даже за ним, что приводит к появлению туннельного тока. Если разность потенциалов невелика, то мы можем подставить $(U - E) = \varphi^*$

в выражение для χ , где ϕ^* — работа выхода, показывающая минимальное количество энергии, необходимое для перехода электрона с занимаемого уровня на уровни, близкие к уровню Ферми. Эти электроны могут проникать сквозь барьер, так как в основном происходит туннелирование электронов с энергиями, близкими к уровню Ферми.

В сканирующей туннельной микроскопии взаимодействие зонда и поверхности проявляется в протекании постоянного тока в туннельном зазоре между ними. Для оценок и качественных рассуждений часто пользуются упрощенной формулой для плотности туннельного тока

$$j_t = j_0(V) e^{-\frac{4\pi}{h} \sqrt{2m\phi^*} \Delta z}, \quad (1.3)$$

где $j_0 = \frac{e}{2\pi h (\Delta z)^2}$, т. е. величина $j_0(V)$ не зависит от величины ба-

рьера. Для типичных значений работы выхода ($\phi^* \sim 4$ эВ) значение константы затухания $\chi = 2 \text{ \AA}^{-1}$, что при изменении Δz примерно на 1 \AA изменяет величину тока на порядок.

Экспоненциальная зависимость туннельного тока от расстояния (выражение (1.3)) позволяет осуществлять регулирование расстояния между зондом и образцом в туннельном микроскопе с высокой точностью. Регулировка расстояния в СТМ-микроскопах обеспечивается электромеханической системой с отрицательной обратной связью (рис. 1.14). Система обратной связи поддерживает величину туннельного тока между зондом и образцом на заданном уровне (I_0), выбираемом оператором. Контроль величины туннельного тока, а следовательно, и расстояния зонд — поверхность осуществляется посредством перемещения зонда вдоль оси Z с помощью пьезоэлектрического элемента.

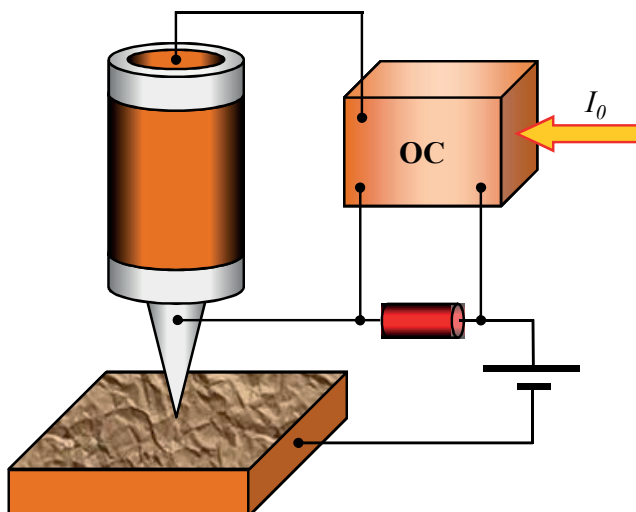


Рис. 1.14. Упрощенная схема организации обратной связи по туннельному току

Изображение рельефа поверхности в СТМ формируется двумя методами. По методу постоянного туннельного тока (рис. 1.15, *а*) зонд перемещается вдоль поверхности, поддерживая постоянной величину туннельного тока между зондом и образцом путем изменения напряжения на Z -электроре пьезоэлемента в цепи обратной связи, что приводит к повторению зондом рельефа поверхности образца. Напряжение, подаваемое на Z -электрод, записывается в память компьютера в виде функции $Z = f(x, y)$, а затем воспроизводится средствами компьютерной графики.

Второй метод чаще используется при исследовании атомарно-гладких поверхностей и называется методом постоянной высоты $Z = \text{const}$. В этом случае зонд перемещается над поверхностью на расстоянии нескольких ангстремов, причем изменения туннельного тока регистрируются в качестве СТМ-изображения поверхности (рис. 1.15, *б*). Сканирование производится либо при отключен-

ной ОС, либо со скоростями, превышающими скорость реакции ОС, так что ОС отрабатывает только плавные изменения рельефа поверхности. В данном способе реализуются очень высокие скорости сканирования и высокая частота получения СТМ-изображений, что позволяет вести наблюдение за изменениями, происходящими на поверхности, практически в реальном времени.

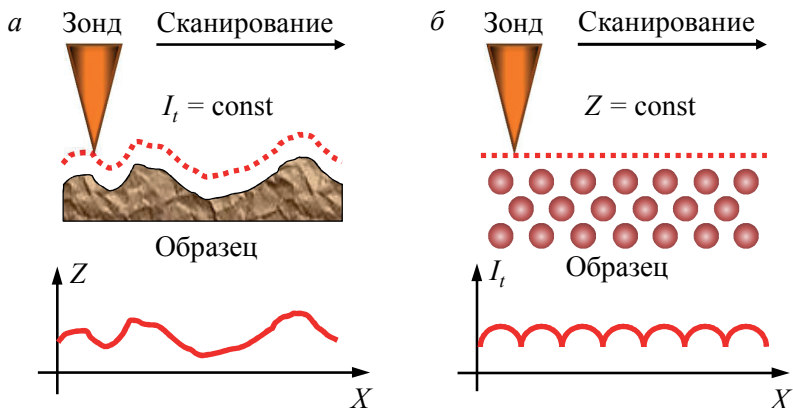


Рис. 1.15. Режимы постоянного тока (а) и постоянной высоты (б)

1.2.1. Факторы, влияющие на качество СТМ-изображения

Сканирующий зондовый микроскоп дает изображение поверхности, увеличенное во всех трех измерениях x , y и z ; максимальная разрешающая способность для каждой из осей определяется различными факторами.

Разрешение по оси z ограничивается, во-первых, чувствительностью сенсора и, во-вторых, амплитудой вибраций зонда относительно поверхности образца. Конструкция микроскопа должна обеспечивать уменьшение амплитуды этих вибраций до долей ангстрема.

Разрешение СТМ по нормали к поверхности образца для атомарно-гладких и чистых поверхностей достигает в благоприятных случаях сотых долей ангстрема. Благодаря сильной зависимости $I(Z)$, электронные шумы аппаратуры, дробовой шум туннельного тока

и тому подобное слабо влияют на результаты. Однако для загрязненных поверхностей шум по координате Z резко возрастает, доходя до долей микронметра.

Разрешение в плоскости XY зависит от качества зонда и определяется в основном не макроскопическим радиусом кривизны кончика острия, а его атомарной структурой. При правильной подготовке зонда на его кончике с большой вероятностью находится одиночный выступающий атом или небольшой кластер атомов, размеры которого много меньше характерного радиуса кривизны острия. Действительно, туннельный ток протекает между поверхностными атомами образца и атомами зонда. Атом, выступающий над поверхностью зонда, находится ближе к поверхности на расстоянии, равном величине периода кристаллической решетки. Поскольку зависимость туннельного тока от расстояния экспоненциальная, постольку ток в этом случае течет в основном между поверхностью образца и выступающим атомом на кончике зонда (рис. 1.16).

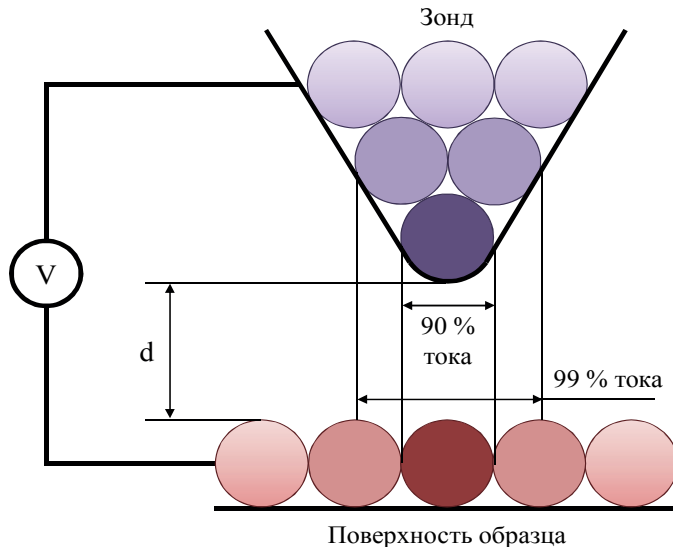


Рис. 1.16. Схематическое изображение взаимодействия конца иглы с образцом

Таким образом, высокое разрешение СТМ связано с локальным распределением атомов на острие иглы и с экспоненциальной зависимостью тока от ширины туннельного барьера. На рис. 1.16 схематически изображено атомарное строение зонда и исследуемой поверхности. Считается, что при сканировании хорошей иглой с поверхностью реально взаимодействует только один атом острия (рис. 1.17, *а*), и разрешение в этом случае очень высокое. Если же игла сломана и имеет другую форму, то изображение будет недостаточно резким (рис. 1.17, *б*) или даже искаженным из-за формы иглы (рис. 1.17, *в*).

При выявлении сравнительно больших геометрических деталей качество изображений определяется геометрией острия. Критическими являются следующие параметры: радиус закругления конца иглы r и отношение аспекта $A_r = L/W$ (отношение высоты зонда к диаметру основания).

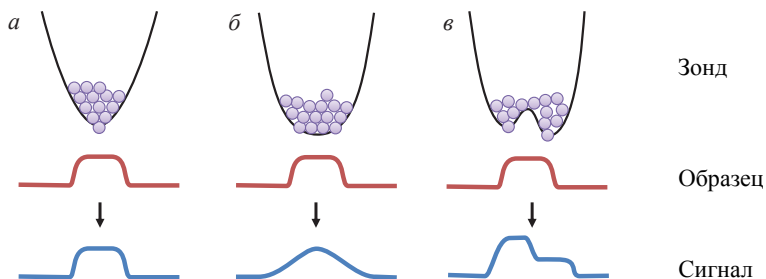


Рис. 1.17. Влияние формы иглы на изображение

При сканировании неизбежно происходит локальный нагрев образца за счет работы прибора. Разные части микроскопа имеют разный коэффициент температурного расширения, вследствие чего можно наблюдать так называемый температурный дрейф, то есть при повторном сканировании одного участка происходит смещение образца. Этот эффект практически не заметен при сканировании участков большой площади (больше 100 мкм²), но существенен на малых полях сканирования.

1.2.2. Измерение вольт-амперных характеристик туннельного контакта

С помощью СТМ можно измерять вольт-амперные характеристики (ВАХ) туннельного контакта в различных точках поверхности, что позволяет судить о локальной проводимости образца и изучать особенности локальной плотности состояний в энергетическом спектре электронов. Для регистрации ВАХ туннельного контакта в СТМ применяется следующая процедура (рис. 1.18).

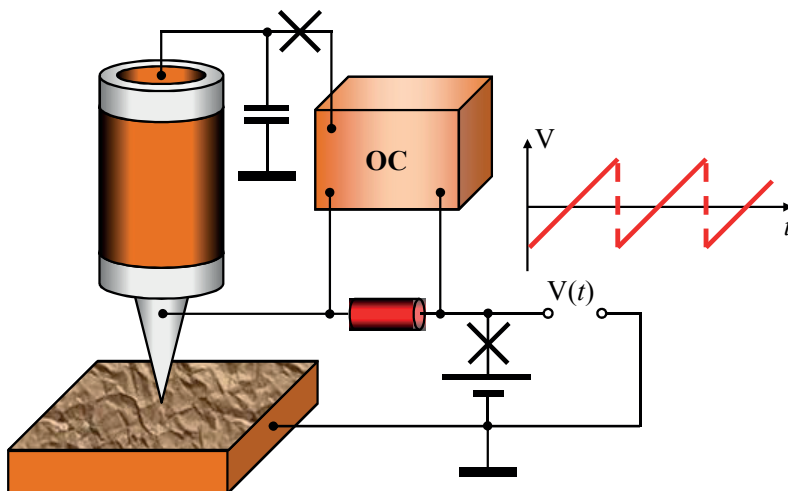


Рис. 1.18. Схема регистрации ВАХ туннельного промежутка СТМ

На СТМ-изображении поверхности выбирается область образца, в которой предполагается произвести измерения. Зонд СТМ выводится сканером в соответствующую точку поверхности. Для получения ВАХ-контакта обратная связь на короткое время разрывается и к туннельному промежутку прикладывается линейно нарастающее напряжение. При этом синхронно с изменением напряжения регистрируется ток, протекающий через туннельный контакт. Во время снятия ВАХ на время разрыва обратной связ-

зи на электрод сканера подается потенциал, равный потенциалу непосредственно перед разрывом.

В каждой точке производится измерение нескольких ВАХ. Итоговая вольт-амперная характеристика получается путем усреднения набора ВАХ, снятых в одной точке. Усреднение позволяет существенно минимизировать влияние шумов туннельного промежутка.

1.2.3. Зонды для туннельной микроскопии

В качестве зонда в СТМ используется заостренная металлическая игла. Предельное пространственное разрешение СТМ определяется в основном локальным распределением атомов на острие иглы (радиус закругления острия может достигать несколько ангстремов) и его механической жесткостью. Если механическая жесткость в продольном и поперечном направлениях оказывается достаточно малой, механические, тепловые и квантовые флуктуации иглы могут существенно ухудшить разрешение СТМ. В качестве материала для зонда обычно используются металлы с высокой твердостью и химической стойкостью: вольфрам или платина.

Платино-иридиевая проволока ($\text{Pt}_{80}\text{Ir}_{20}$). Зонды изготавливают из платино-иридиевой проволоки (80 % Pt и 20 % Ir) диаметром 0,1–0,5 мм методом механического среза ножницами под углом в 45° . Следует очень внимательно следить за изначальной чистотой металлической проволоки. Ничтожные пленки органики, жира и других загрязнений на поверхности иглы могут приводить к дополнительным шумам или даже к невозможности получения кадров в туннельной микроскопии. Для предварительной чистки игл не следует использовать химические растворители. При их испарении на поверхности иглы может образоваться пленка из остаточных примесей, даже если они были в ничтожных объемных концентрациях. Лучшие результаты дает механическая очистка чистой бумагой.

Не следует касаться игл руками. Лучше использовать чистые пинцеты. Пинцеты так же, как и ножницы для среза игл, необ-

ходимо использовать только для этих целей. Их следует хранить в отдельном месте, чтобы избежать их случайного использования для посторонних задач (например, для резки и переноса скотча).

Вольфрамовая проволока (W). Вольфрамовые иглы (зонды) изготавливают в основном методом электрохимического травления. Механический срез проволоки приводит к продольному расщеплению проволоки и образованию нескольких усиков.

Достоинство электрохимического травления состоит в формировании строго определенной геометрии острия. Недостаток вольфрамового острия — затруднительность длительного хранения приготовленного острия. На воздухе на поверхности острия появляется оксидная пленка, приводящая в туннельном микроскопе к шумам или даже невозможности получения изображений.

Перед установкой зонда полезно осуществить его осмотр в оптический микроскоп.

1.3. Основы наноиндентирования

Стремительное развитие нанотехнологий приводит к непрерывному уменьшению характерных размеров электронных и механических компонентов, сенсоров, актуаторов, манипуляторов, гибридных микро- и наноэлектромеханических систем, микророботов, пленочных покрытий и других продуктов наноиндустрии. Из общих соображений и накопленных экспериментальных данных вытекает, что уменьшение характерных размеров объекта или элементов его структуры меньше 1 мкм (хотя бы в одном из трех измерений) влечет за собой существенное изменение его механических свойств. При размере меньше 10 нм характер размерных эффектов может измениться еще раз. Из этого следует, что механическое поведение твердых тел в наношкале не может быть выведено путем простой экстраполяции известных зависимостей из макро- или микрообласти в нанообласти. Все это сделало актуальной разработку адекватных средств исследования и характеристики физико-механических свойств материалов в наношкале.

Наноиндентирование — безусловный лидер такого рода испытаний. *Наноиндентирование*, иначе *индентирование* (англ. *nanoindentation*) — испытание материала методом индентирования (вдавливания в поверхность образца специального инструмента индентора), применяемое к нанообъемам материала (тонкие пленки и покрытия, микро- и наноструктуры).

В результате длительной эволюции простейший прием измерения твердости по размеру остаточного отпечатка индентора превратился в тонкий многофункциональный исследовательский инструмент, пригодный как для решения разнообразных инженерных задач, так и для выяснения фундаментальных закономерностей механического поведения нанометровых приповерхностных слоев и субмикронных объемов самых различных материалов — от мягких биологических до сверхтвердых алмазоподобных. *Индентор* (англ. *indenter* от *indent* — вдавливать) — изготовленный из алмаза, твердого сплава или закаленной стали наконечник прибора, используемого для измерения твердости.

Сама идея перехода от измерения остаточных размеров отпечатка, который возникает под действием известной силы, приложенной к инструменту, к непрерывной регистрации кривой нагрузки (деформации), как и первые шаги в ее развитии, принадлежат российским ученым С.И. Булычеву и В.П. Алехину. Однако технические трудности, игнорирование ряда погрешностей, отсутствие общепринятых методик извлечения физических характеристик материала из первичных данных и другое привели к большим расхождениям в результатах разных авторов и артефактам, которые первоначально трактовались как реальные эффекты в исследуемых материалах. Это не позволяло квалифицировать непрерывное индентирование как надежный количественный метод исследования материалов.

Второе дыхание метод обрел в конце 80-х — начале 90-х годов прошлого века. Увеличение чувствительности и разрешающей способности (как по времени, так и в пространстве), переход к цифровым технологиям управления приборами, компьютерная

обработка данных, разработка физически обоснованных моделей и способов извлечения из первичных данных реальных характеристик материалов сделали методы наноиндентирования чрезвычайно популярными в среде специалистов, занимающихся созданием и использованием наноструктурных материалов.

Часто приборы, позволяющие осуществлять исследования материалов методом наноиндентирования совмещены с зондовыми микроскопами. В данных устройствах индентор выполняет роль не только зонда для исследования механических характеристик материала, но и выступает в роли зонда для СЗМ, поэтому было бы уместно в данном учебном пособии рассмотреть основные принципы метода наноиндентирования. Обычно сканирование поверхности в наноинденторах, совмещенных с АСМ, осуществляется в контактном режиме.

Принципы и техника наноиндентирования

Наноиндентирование — название метода, который позволяет проводить измерения на уровне микрометров и субнанометровом диапазоне. Поскольку условия измерения очень малых и больших глубин сильно различаются, стандарт ISO 14577 предполагает три уровня: нанодиапазон для всех углублений с глубиной менее 200 нм, микродиапазон от 200 нм и выше для сил до 2 Н и макродиапазон для сил свыше 2 Н.

Тестирование твердости — традиционный способ определения механических свойств малых объемов материалов. Наконечник индентора известной формы подается на образец, после чего начинается постепенное увеличение нагрузки до заранее установленного значения. Затем нагрузка постепенно снижается до частичного или полного снятия. Нагрузка и ее снятие непрерывно фиксируются в течение всего процесса, в результате чего записывается кривая изменения нагрузки (рис. 1.19). Пауза при максимальной нагрузке позволяет изучить характеристики ползучести. Если тестируемый материал твердый, индентор делает маленькое углубление с небольшой контактной площадью.

Существует несколько десятков методов извлечения из измеренных диаграмм различных характеристик материала. В итоге многочисленных проверок и сопоставлений материаловедческое сообщество признало наиболее универсальным и удобным для индентирования пирамидальными инденторами метод У. Оливера и Дж. Фара, Дж. Филда и для сферических инденторов методы М. Свейна и А. Фишер-Крипса. Они позволяют корректно определять в широком диапазоне нагрузок характеристики материала с учетом реального закругления в вершине пирамидального параметров степенной функции, формы индентора, упругого прогиба поверхности в области контакта, жесткости силового контура прибора и др.

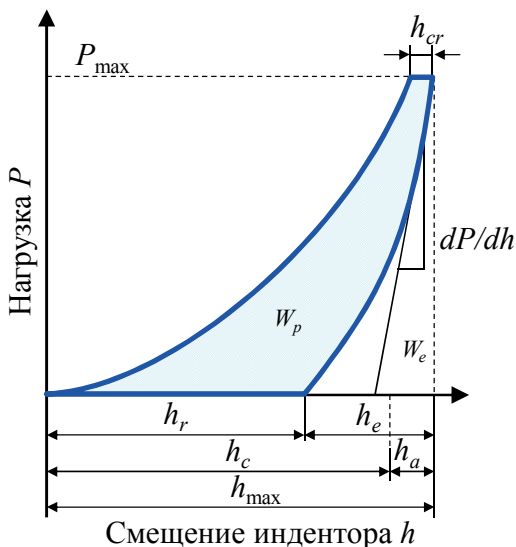


Рис. 1.19. Анализ диаграммы нагружения по методу Оливера — Фарра:
 h_r — глубина остаточного отпечатка; h_e — упругое восстановление; h_c — контактная глубина отпечатка при максимальной нагрузке на индентор; h_a — упругий прогиб поверхности образца; h_{\max} — максимальная глубина отпечатка при максимальной нагрузке P_{\max} ; h_{cr} — ползучесть при $P = \text{const}$; W_p — работа пластической деформации при формировании отпечатка; W_e — работа упругой деформации; S — жесткость в контакте индентор — образец, $S = dP/dh$

Метод Оливера — Фарра заключается в подборе параметров степенной функции, описывающей экспериментальную зависимость глубины погружения индентора и площади контакта от приложенной нагрузки, и последующем расчете твердости и модуля Юнга по этим данным. Подгонка аппроксимирующей кривой осуществляется по следующей степенной зависимости

$$P = A(h - h_f)^m,$$

где P — приложенная нагрузка; A и m — эмпирически определенные параметры аппроксимации; h — глубина индентирования; h_f — результирующая глубина после полного разгрузки.

Производная данной степенной зависимости (по h) берется при максимальной нагрузке для расчета контактной жесткости материала $S = dP/dh$. Контактная глубина h_c рассчитывается по формуле

$$h_c = h_{\max} - \varepsilon_c \frac{P_{\max}}{S},$$

где ε_c — коэффициент, введенный для учета краевых эффектов отклонения поверхности по периметру контакта. Коэффициент ε_c зависит от геометрии индентора и равен для конуса 0,72, параболоида вращения 0,75, плоского поршня 1; в международном стандарте ISO 14577 для индентора Берковича принимается значение равное 0,75.

Значение инденторной твердости рассчитывается как отношение максимальной нагрузки к площади проекции восстановленного отпечатка

$$H = \frac{P_{\max}}{A(h_c)},$$

где H — инденторная твердость, Па; P_{\max} — максимальная нагрузка, Н; $A(h_c)$ — контактная площадь, м².

Размер отпечатка определяют по максимальной глубине погружения индентора, считая, что алмазный индентор совершенно

не деформируется при индентировании. Для больших нагрузок ($P_{\max} \geq 1$ Н) инденторы Берковича и Викерса можно считать идеальными и принять $A(h_c) = 24,56h_c^2$. Однако при малых нагрузках необходимо учитывать реальную форму кончика индентора. Схема на рис. 1.20 иллюстрирует соотношение между величинами P , $A(h_c)$, h_c и h .

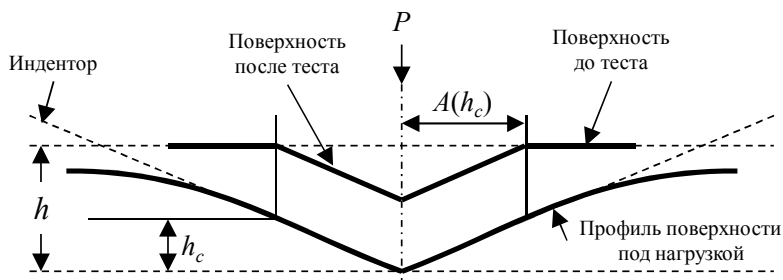


Рис. 1.20. Модель наноиндентирования

В случае наноиндентирования получаемая экспериментально зависимость $A(h_c)$ аппроксимируется кривой вида

$$A(h_c) = C_0 h_c^2 + \sum_{i=1}^n C_i h_c^{1/m},$$

где коэффициент C_0 зонда с геометрией Берковича 2,45, для угла куба (90°) 2,598, а остальные коэффициенты C_i подбираются из условия наилучшего соответствия получаемой зависимости экспериментальной кривой; $m = 1, 2, 4, 8, 16, 32$. При определении коэффициентов для функции площади всегда лучше всего свести их количество n к минимуму. Программные пакеты, осуществляющие вычисления по описанной методике (например, Tribo Scan), производят подгонку $A(h_c)$ так, чтобы привести ее к виду полинома шестой степени.

Используя формулу контактной жесткости $S=dP/dh$, можно получить уравнение для приведенного модуля упругости E_r

$$E_r = \frac{\sqrt{\pi}}{2\beta\sqrt{A(h_c)}} S,$$

где β лежит в интервале от 1,02 до 1,08 для разных случаев. В отсутствие предварительной информации β принимается 1,05.

2. Формирование и анализ СЗМ-изображений

Получение изображений во всех методиках СЗМ основано на последовательном сканировании поверхности образца зондом и измерении интересующей физической величины в каждой точке поверхности. Формирование и анализ изображений, появление различных артефактов и методы обработки аналогичны для всех методик СЗМ, поэтому информация, представленная в разделах главы 2, применима к большинству методов АСМ- и СТМ-микроскопии.

2.1. Регистрация и обработка СЗМ-изображений

Процесс сканирования поверхности в сканирующем зондовом микроскопе имеет сходство с движением электронного луча по экрану в электронно-лучевой трубке телевизора. На рис. 2.1 схематически показан процесс сканирования поверхности образца. Зонд движется вдоль линии (строки) сначала в прямом, а потом в обратном направлении (строчная развертка), затем переходит на следующую строку (кадровая развертка) (рис. 2.1). Движение зонда осуществляется с помощью сканера небольшими шагами под действием пилообразных напряжений, формируемых цифроаналоговыми преобразователями. Регистрация информации о рельефе поверхности производится, как правило, на прямом проходе.

Информация, полученная с помощью сканирующего зондового микроскопа, хранится в виде СЗМ-кадра — двумерного массива целых чисел a_{ij} (матрицы). Физический смысл данных чисел определяется той величиной, которая оцифровывалась в процессе сканирования. Каждому значению пары индексов ij соответствует определенная точка поверхности в пределах поля сканирования.

Координаты точек поверхности вычисляются с помощью простого умножения соответствующего индекса на величину расстояния между точками, в которых производилась запись информации

$$x_i = x_0 i, \quad y_j = y_0 j.$$

Здесь x_0 и y_0 — расстояния между соседними точками вдоль оси X и Y , в которых производилась запись информации. Как правило, СЗМ-кадры представляют собой квадратные матрицы, имеющие размер $2n$ (в основном 256×256 и 512×512 элементов или более). Визуализация СЗМ-кадров производится средствами компьютерной графики в основном в виде трехмерных (3D) и двумерных (2D) яркостных изображений. При 3D-визуализации изображение поверхности $Z = f(x, y)$, соответствующей СЗМ-данным, строится в аксонометрической перспективе с помощью пикселей или линий.

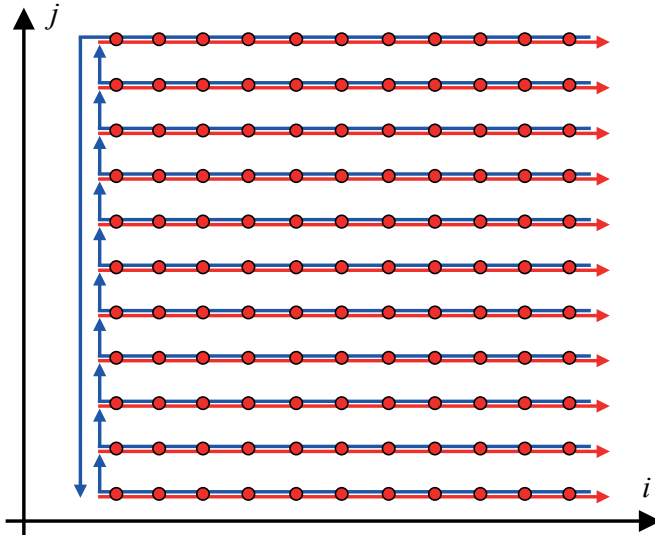


Рис. 2.1. Схематическое изображение процесса сканирования:
 → — направление прямого хода сканера; ← — обратный ход сканера;
 • — точка регистрации информации

В дополнение к этому используются различные способы подсвечивания пикселей, соответствующих различной высоте рельефа поверхности. Наиболее эффективным способом раскраски 3D-изображений является моделирование условий подсветки поверхности точечным источником, расположенным в некоторой точке пространства над поверхностью. При этом удастся подчеркнуть мелкомасштабные неровности рельефа. Также средствами компьютерной обработки и графики реализуются масштабирование и вращение 3D СЗМ-изображений. При 2D-визуализации каждой точке поверхности $Z = f(x, y)$ ставится в соответствие цвет. Наиболее широко используются градиентные палитры, в которых раскраска изображения производится тоном определенного цвета в соответствии с высотой точки поверхности. В результате мы получаем картину, на которой высота поверхности (или другая физическая величина) передается цветом, как на географической карте. Как правило, используется палитра из 256 цветов. Для удобства восприятия точки, близкие по высоте, передаются сходными цветами.

Может оказаться, и как правило, так и бывает, что диапазон исходных значений больше, чем число возможных цветов. В этом случае происходит потеря информации, и увеличение количества цветов не является выходом из положения, так как возможности человеческого глаза по различению полутонов ограничены.

Кроме того, СЗМ-изображения, наряду с полезной информацией, содержат также много побочной информации, искажающей данные о морфологии и свойствах поверхности.

На рис. 2.2 схематически представлены возможные искажения в СЗМ-изображениях поверхности, обусловленные неидеальностью аппаратуры и внешними паразитными воздействиями.

В результате после получения изображения необходима его дополнительная обработка, причем в зависимости от задач обработка должна быть разной. Кому-то необходимо увидеть всю картину целиком, а кто-то хочет рассмотреть детали. Для этого использу-

ются разнообразные методы, основные из которых описаны ниже. Для примера будем рассматривать изображения, на которых цветом передается высота точки.



Рис. 2.2. Возможные искажения в СЗМ-изображениях

Вычитание среднего наклона

Полученные СЗМ-изображения часто имеют общий наклон, который может появляться по разным причинам. Это может быть реальный наклон поверхности образца; может быть температурный дрейф, который приводит к смещению образца во время сканирования; может быть нелинейность пьезокерамического манипулятора. Как бы то ни было, наклон мешает выявлению структуры объекта. Для того чтобы этого избежать, из исходной матрицы значений вычитается плоскость среднего наклона. Поясним это на примере одномерного случая, то есть рассмотрим не двумерную матрицу, а строку значений (рис. 2.3).

В результате получается матрица с меньшим диапазоном значений и мелкие детали отображаются большим количеством цветов, становятся более заметными. Нелинейности пьезоманипулятора могут приводить также к тому, что изображение получается вогнутым. В этом случае нужно вычитать не плоскость, а более сложную поверхность — параболическую или гиперболическую.

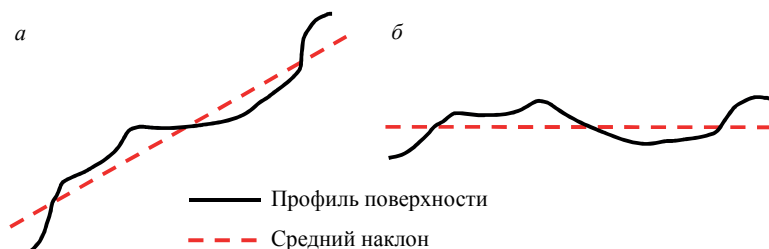


Рис. 2.3. Вычитание среднего наклона до (а) и после (б) обработки

Усреднение по точкам

Помимо полезного сигнала, на изображении всегда присутствует шумовая составляющая. Чтобы убрать ее, часто достаточно заменить значение в каждой точке средним арифметическим значений всех точек в некоторой ближайшей ее окрестности.

Если это не помогает, например, если уровень шумов довольно высок, то требуется применение более сложных методов. Можно попробовать выделить полезный сигнал, убрав высокочастотную составляющую исходного сигнала. В сущности усреднение по окрестности и есть такая фильтрация. Часто помогает увеличение размеров окрестности, по которой ведется усреднение. Рассмотрим снова одномерный случай.

Построим график, на котором по горизонтали отложим координату точки, а по вертикали — значения в каждой точке. В результате получится профиль строки (рис. 2.4).

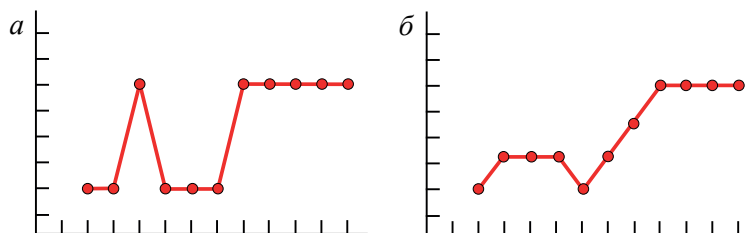
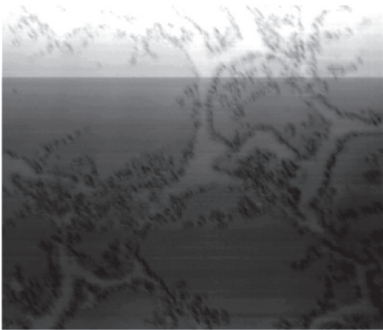


Рис. 2.4. Усреднение по точкам до (а) и после (б) обработки

Усреднение по строкам

Изображения в сканирующей зондовой микроскопии формируются построчно. Таким образом появляется выделенное направление (направление формирования строки), вдоль которого изображение имеет характерные особенности. Дело в том, что сканирование строки происходит быстро, а между сканированиями соседних строк проходит некоторое время. При этом может произойти какой-либо сбой, и следующие строки окажутся резко сдвинутыми вверх или вниз. На изображении появляется горизонтальная ступенька, которой нет на реальной поверхности. Чтобы убрать этот дефект, применяется усреднение по строкам. Все строки изображения сдвигаются вверх или вниз так, чтобы их средние значения были одинаковыми. При этом профиль строки остается прежним, а профиль столбца меняется — исчезают ступеньки (рис. 2.5).

а



б

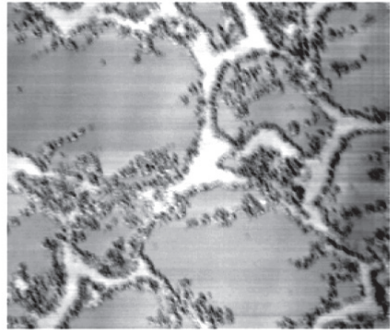


Рис. 2.5. Изображение многокомпонентной органической пленки до (а) и после (б) усреднения по строкам

Медианная фильтрация

Иногда результат усреднения по окрестности кажется слишком сглаженным. В этом случае используют медианную фильтрацию. Это нелинейный метод обработки изображений, позволяющий

убрать резкие выбросы, но, в отличие от усреднения, оставляющий ступеньки.

Пусть мы имеем двумерный профиль. В каждой фильтруемой точке берутся значения соседних точек и заносятся в таблицу. Значения в таблице сортируются по возрастанию, и за новое значение точки принимается значение из средней ячейки сортированной таблицы. Таким образом, если в точке был выброс, то она оказывается на краю отсортированной таблицы и не попадает в отфильтрованное изображение. Ступеньки же остаются без изменения (рис. 2.6). При такой обработке края кадра остаются неотфильтрованными и отбрасываются в конечном изображении.

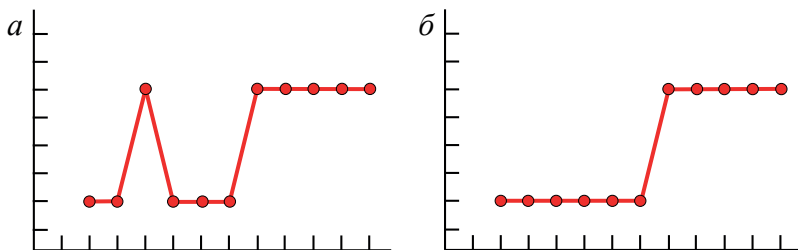


Рис. 2.6. Медианная фильтрация профиля до (а) и после (б) обработки

Подсветка

Человеческий глаз лучше различает контрастные предметы, потому на изображении, где цветом передается высота, мелкие детали часто оказываются незаметны на фоне крупных объектов. Как поступить в этом случае?

Есть способ совместить информацию о высоте объекта с информацией о высоте мелкой детали над его поверхностью. Если вы летите на самолете над горами, то ясно различаете все ущелья и утесы, хотя по сравнению с самими горами перепад высот в них совсем невелик. Это происходит благодаря игре света и тени. Если солнце в зените, то горизонтальные участки поверхности будут ос-

вещены сильнее, чем склоны. По величине тени мозг реконструирует высоту объекта.

Если смоделировать на изображении эффект освещения, то мелкие детали проявятся без потери информации о крупных объектах (рис. 2.7). Нельзя забывать, что это преобразование искажает информацию о высоте объекта и, следовательно, в нем визуализация должна быть отделена от топографических данных.

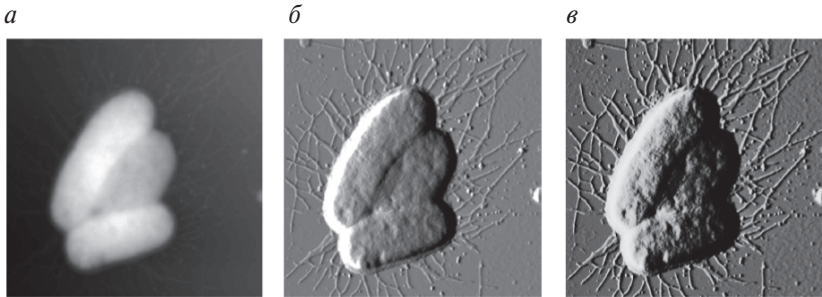


Рис. 2.7. Изображение бактерий *Escherichia coli*:

a — исходное изображение; *б, в* — изображения с применением боковой подсветки разной интенсивности

2.2. Измерение основных характеристик поверхности

Параметры шероховатости поверхности описывают отклонения реальных поверхностей от номинально гладких. Реальная поверхность состоит из чередующихся ориентированных или беспорядочно расположенных выступов или впадин. Отметим, что резонансная атомно-силовая микроскопия является одним из основных методов измерения шероховатости. Оценивать шероховатость поверхности в различных программных пакетах (для примера возьмем программный пакет «ФемтоСкан Онлайн», поставляемый вместе с одноименным зондовым микроскопом) можно как для поверхности, так и для конкретного выделенного профиля вдоль заданного отрезка. Рассмотрим только те параметры,

которые в одномерном и двумерном случаях имеют один и тот же смысл. В этом случае команда вызывается в меню **Математика** → **Анализ поверхности**. Для поверхности в целом будут выделены следующие параметры: R_a , R_{\max} , R_q , R_{sk} и R_{ku} .

Средняя шероховатость R_a и наибольшая высота профиля R_{\max}

Параметр R_a определяется как среднее арифметическое отклонение профиля от средней наклонной прямой или плоскости, проведенной методом наименьших квадратов. Он определяется как площадь отклонения профиля шероховатости $r(x)$ относительно средней прямой (плоскости), деленной на общую длину базовой линии, и численно равен интегралу

$$R_a = \frac{1}{L} \int_0^L |r(x)| dx.$$

В дискретном случае

$$R_a = \frac{1}{N} \sum_{n=1}^N |r_n|. \quad (2.1)$$

Однако R_a не дает полной картины профиля шероховатости поверхности, ведь многие поверхности могут иметь одинаковую среднюю шероховатость, но совершенно различную форму.

R_{\max} — расстояние между линией выступов и линией впадин, то есть наибольшим пиком и наибольшей впадиной на базовой линии (плоскости).

Среднеквадратичная шероховатость R_q

Среднеквадратичная шероховатость вычисляется через интеграл вида

$$R_q = \sqrt{\frac{1}{L} \int_0^L r^2(x) dx},$$

а в дискретном случае

$$R_q = \sqrt{\frac{1}{N} \sum_{n=1}^N r_n^2} \quad (2.2)$$

и характеризует среднеквадратичное отклонение профиля поверхности относительно базовой линии. R_q имеет значение в применении к оптике, где от этого параметра зависят оптические свойства шероховатости.

Параметр асимметрии R_{sk}

R_{sk} — функция распределения вероятности. Функция распределения вероятности даст вероятность того, что профиль имеет заданную высоту Z . Функция распределения имеет колоколообразную форму и показывает, какое «количество» профиля имеет определенную высоту. Параметр асимметрии описывает форму функции распределения вероятности, то есть симметричность разброса профиля относительно средней линии и вычисляется по формуле

$$R_{sk} = \frac{1}{LR_q^3} \int_0^L r^3(x) dx.$$

В дискретном виде

$$R_{sk} = \frac{1}{NR_q^3} \sum_{n=1}^N r_n^3. \quad (2.3)$$

Профиль с положительным коэффициентом асимметрии имеет четкие высокие пики, которые выделяются из среднего. Поверхности с отрицательным коэффициентом асимметрии (пористые поверхности) имеют четкие глубокие впадины в гладких плато. В менее очевидных случаях $R_{sq} \approx 0$. Значения $|R_{sk}| > 1,5$ показывают то, что поверхность имеет непростую форму и простые параметры, такие как R_a , не могут адекватно характеризовать качество поверхности. Коэффициент асимметрии безразмерен.

Мера эксцесса R_{ku}

Этот параметр характеризует ширину пиков или впадин, то есть отклонение гистограммы от гауссовой формы. Если гистограмма имеет гауссову форму, то $R_{ku} = 3$. Мера эксцесса вычисляется по формуле

$$R_{ku} = \frac{1}{LR_q^4} \int_0^L r^4(x) dx,$$

а в дискретном виде

$$R_{ku} = \frac{1}{NR_q^4} \sum_{n=1}^N r_n^4. \quad (2.4)$$

Если профиль поверхности имеет вытянутые (узкие) пики или впадины, то $R_{ku} > 3$. Если есть широкие пики или впадины, то $R_{ku} < 3$.

Пример расчета характеристик поверхности

В большинстве современных программных пакетов параметры шероховатости поверхности могут рассчитываться автоматически. Однако в некоторых случаях бывает необходимо оценить шероховатость вручную, не прибегая к программным расчетам. Ниже приведем алгоритм построения нормированной гистограммы распределения высот и определения основных характеристик поверхности на примере экспериментального профиля поверхности детектора инфракрасного излучения на основе пленки PbSe (рис. 2.8, а). Измерения проводились на базовой длине $L = 10 \mu\text{м}$ при числе точек СЗМ-изображения для сечения равном 512.

Вначале минимальное Z_{\min} и максимальное Z_{\max} значения изменения высот округляются в меньшую и большую стороны соответственно. Далее полученный диапазон от $\lfloor Z_{\min} \rfloor$ до $\lceil Z_{\max} \rceil$ разбивается на заданное число участков M . Количество интервалов выбирается в зависимости от числа измерений N (общего числа точек на анализируемом профиле поверхности) согласно рекомендациям, приведенных ниже:

Число наблюдений (N)..... 40–100 100–500 500–1000 ... 1000–10000

Количество интервалов (M)..... 7–9 8–12 10–16 12–22

В нашем случае $N = 512$, поэтому $M = 12$. Участки нумеруются индексом i . Затем для каждого участка определяется среднее значение высоты Z_i , количество попавших результатов наблюдений N_i и рассчитывается величина N_i/N . Полученная нормированная гистограмма с огибающей изменения высот поверхности для пленки PbSe приведена на рис. 2.8, б. При построении гистограмм по оси абсцисс откладываются интервалы Z_i , а по оси ординат — значения N_i или N_i/N .

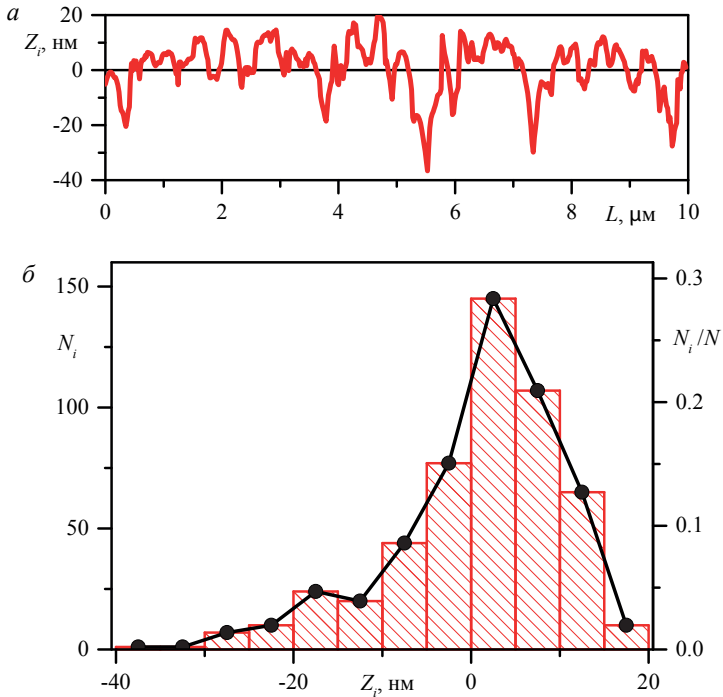


Рис. 2.8. Профиль (а) и гистограмма с огибающей (б) распределения неровностей поверхности пленки PbSe

После перехода к суммированию по интервалам гистограммы в выражениях (2.1)–(2.4) в дискретном случае получим

$$R_a = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^M \sum_{j=1}^{N_i} |r_{ij}| = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^M |Z_i| N_i = \sum_{i=1}^M |Z_i| \frac{N_i}{N},$$

$$R_q = \sqrt{\frac{1}{N} \sum_{i=1}^M \sum_{j=1}^{N_i} r_{ij}^2} = \sqrt{\frac{1}{N} \sum_{i=1}^M Z_i^2 N_i} = \sqrt{\sum_{i=1}^M Z_i^2 \frac{N_i}{N}},$$

$$R_{sk} = \frac{1}{NR_q^3} \sum_{i=1}^M \sum_{j=1}^{N_i} r_{ij}^3 = \frac{1}{NR_q^3} \sum_{i=1}^M Z_i^3 N_i = \frac{1}{R_q^3} \sum_{i=1}^M Z_i^3 \frac{N_i}{N},$$

$$R_{ku} = \frac{1}{NR_q^4} \sum_{i=1}^M \sum_{j=1}^{N_i} r_{ij}^4 = \frac{1}{NR_q^3} \sum_{i=1}^M Z_i^4 N_i = \frac{1}{R_q^3} \sum_{i=1}^M Z_i^4 \frac{N_i}{N}.$$

Таким образом, для приведенного на рис. 2.8, *a* профиля поверхности пленки PbSe значения параметров шероховатости $R_a = 7,5$ нм и $R_q = 9,5$ нм; наибольшая высота профиля $R_{\max} = 56$ нм; параметр асимметрии $R_{sk} = -0,7$ и мера эксцесса $R_{ku} = 3,7$. Параметр асимметрии и мера эксцесса свидетельствуют о наличии острых возвышенностей и впадин на поверхности относительно базовой линии с доминированием последних, что видно из рис. 2.8, *a*.

2.3. Морфологические фильтры

В основе морфологических фильтров лежат геометрические преобразования формы одного из объектов посредством другого. В СЗМ-микроскопии такими объектами чаще всего являются полученное изображение и модель формы иглы. Приведенные ниже примеры фильтров представлены для программного пакета «ФемтоСкан Онлайн».


Эрозия

Помимо безусловных достоинств метода зондовой микроскопии, существует также и ряд недостатков, связанных с подготов-

кой образцов и с некоторыми аппаратными эффектами (артефактами). В частности, из-за того, что сканирование осуществляется зондом, который имеет форму, далекую от идеальной, происходит наложение формы зонда на изображение, вследствие чего может появляться один или несколько из наиболее распространенных артефактов: двоение (троение и т.д.) объекта или неверное отображение боковой поверхности объекта. Первый случай возникает, когда зонд вместо одной имеет несколько вершин, второй — при сканировании тупым зондом. Так как форма сканирующей иглы далека от идеальной, то практически в любом случае происходит уширение профиля исследуемого объекта. Для удаления уширений на изображении поверхностей или объектов используют фильтр **Эрозия**.

Эрозия (Erosion) — морфологическая операция над двумя множествами точек (A и B), результат которой вычисляется по формуле

$$E(A, B)(r, s) = \min_{(j, k) \in B} (A(r + j, s + k) - B(j, k)).$$

Эта операция над двумя произвольными изображениями иглы и поверхности может быть выполнена с помощью команды **Эрозия (Erosion)** или иконки . Активным при этом должно быть окно обрабатываемого изображения, а изображение иглы следует выбрать в появившемся диалоговом окне.

Слепая аппроксимация формы иглы

Поскольку иглы могут изнашиваться или получать физические повреждения в ходе сканирования, желательно как можно чаще проводить исследования формы иглы. Однако оптические методы и методы электронной микроскопии не позволяют непосредственно построить трехмерную модель иглы, необходимую для реконструкции поверхности образца. Более того, при их использовании требуется переустанавливать иглу и подвергать поверхность

иглы воздействию, которое также может приводить к изменению формы иглы.

Фильтр Слепая аппроксимация формы иглы вычисляет максимально тупую форму иглы, с помощью которой могло бы быть получено СЗМ-изображение (или его часть). Если производится сканирование поверхности иглой с некоторым радиусом кривизны, то на изображении не появятся объекты с большой кривизной (например, атомы). Таким образом выпуклости на поверхности ограничивают форму иглы. Подробно о работе этого и других специально предназначенных для СЗМ-микроскопии фильтров написано в статьях J. S. Villarrubia (Surface Science. 1994. V. 321. P. 287–300 и Journal of Research of the National Institute of Standards and Technology. 1997. V. 102. P. 425–454).

В программном обеспечении «ФемтоСкан Онлайн» возможно только моделирование эффектов дилиации и эрозии изображения (параметры иглы задаются по данным независимой методики измерения свойств зонда). Основные программы для работы с данными СЗМ, помимо «ФемтоСкан Онлайн», — SPIP (The Scanning Probe Image Processor, Image Metrology), WSxM (Windows Scanning x Microscopy, Nanotec Electronica S. L.), Gwyddion. Работа фильтра **Слепая аппроксимация формы иглы** будет рассмотрена на примере последней упомянутой программы.

Поскольку морфологические фильтры чувствительны к определенным видам шумов, требуется провести предварительную фильтрацию СЗМ-изображения. При этом следует учитывать, что большую часть информации о форме иглы получают при анализе резких перепадов высот, за которые ошибочно могут быть приняты шумы. Низкочастотные шумы приводят к появлению ярко выделенных строк на изображении. В ходе слепой аппроксимации формы иглы острые края между строками дадут более острую форму иглы, поэтому необходимо выполнить операцию разравнивания. По той же самой причине следует избегать вычитания фона. Для устранения высокочастотных шумов применяют операции

медианной фильтрации и усреднения. Операция усреднения сглаживает края, в том числе и реально существующие. По этой причине рекомендуется использовать медианную фильтрацию, хотя она и занимает больше времени.

Реконструировать форму иглы по СЗМ-изображению можно с помощью фильтра **Слепая аппроксимация формы иглы**. Для этого необходимо экспортировать полученное в ходе эксперимента и отфильтрованное в соответствии с приведенными выше рекомендациями СЗМ-изображение в виде текстового файла. Запустить программу *Gwyddion*, указать в качестве входных данных текстовый файл с СЗМ-изображением. С помощью модуля **rawfile** можно импортировать как неизвестные текстовые и двоичные файлы данных, так и файлы неподдерживаемых форматов, если приложить определенные усилия (рис. 2.9). Импорт неизвестных данных может быть явно вызван при выборе типа **Импорт неизвестных файлов данных** в диалоговом окне открытия файлов. Также можно настроить *Gwyddion*, чтобы этот вариант автоматически вызывался при открытии файла неизвестного формата. Операция настраивается в диалоговом окне открытия неизвестных файлов опцией **Автоматически предлагать импорт необработанных данных для файлов неизвестного типа** (**Automatically offer raw data import to unknown files**) (рис. 2.9, а).

На вкладке **Информация (Information)** необходимо задать число строк, число точек в строке и физические размеры образца (рис. 2.9, а). Данные параметры можно посмотреть в «ФемтоСкан Онлайн» с помощью команды **Вид → Параметры**. Для текстового формата изображения «ФемтоСкан Онлайн» при импорте необходимо пропустить первые две строки и первую колонку (рис. 2.9, б).

Для того чтобы получить более детальную (и более приближенную к реальности) модель структуры зонда, можно использовать алгоритм слепой оценки (**Data Process → Tip → Blind estimation**).

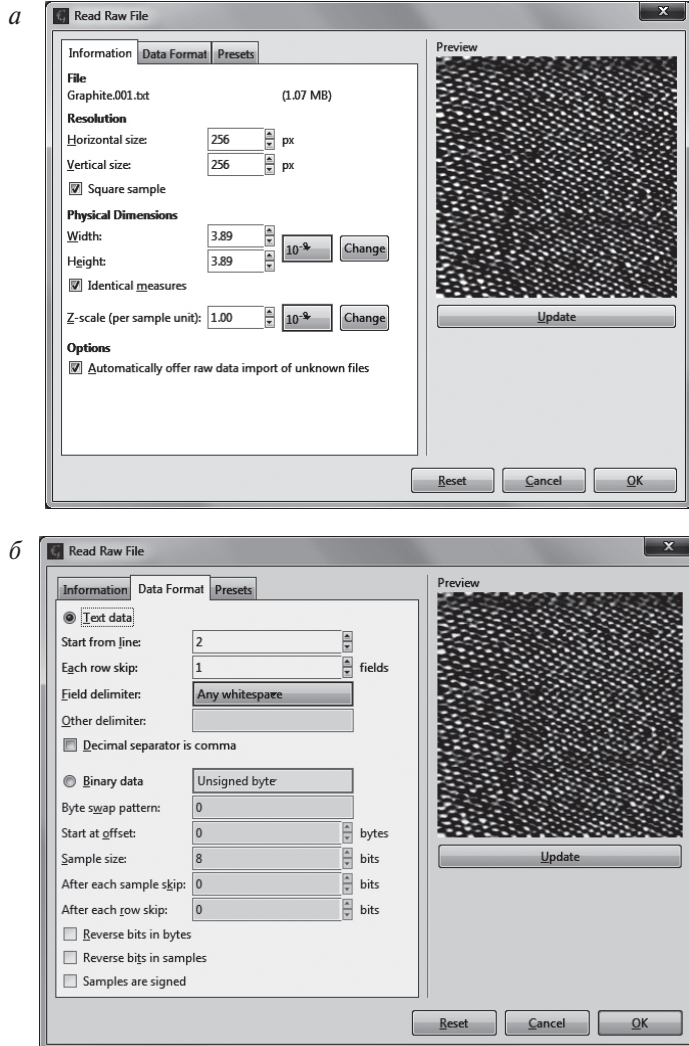


Рис. 2.9. Импорт неизвестного файла данных вкладки **Информация** (Information) (а) и **Формат данных** (Data Format) (б)

В Gwyddion можно использовать две модификации вышеприведенного алгоритма: частичная оценка зонда, которая использует только ограниченное число наиболее высоких точек изображения, и полная оценка, которая использует изображение целиком (и вследствие этого гораздо медленнее). В модуле оценки зонда Gwyddion можно также использовать частичную оценку как начальную точку для полной оценки. Это должно повысить скорость работы по алгоритму полной оценки. Как показано на рис. 2.10, для получения изображения с атомным разрешением на острие иглы должен присутствовать один атом.

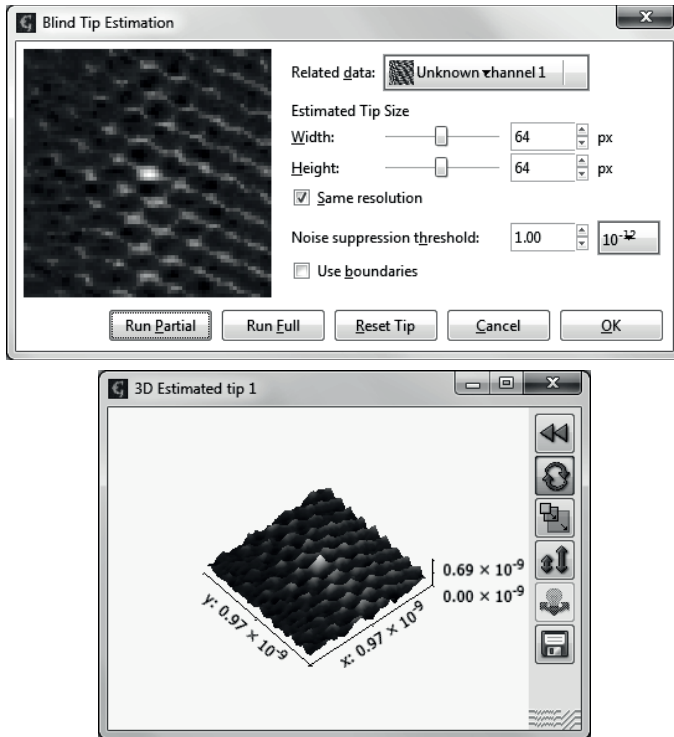


Рис. 2.10. Слепая аппроксимация формы иглы

Если геометрия зонда известна заранее, то мы можем использовать обратную операцию к свертке зонда (эрозию), которая позволяет частично исправить влияние зонда на данные изображения. Для этого используйте функцию восстановления поверхности (**Data Process → Tip → Erosion**). Конечно, те данные, которые соответствуют точкам, где зонд не касался поверхности (поры), не могут быть восстановлены, так как об этих точках нет информации. Дно пор может быть отражено только при использовании длинных и тонких зондов. Зонды с малым отношением сторон не будут достигать дна этих особенностей рельефа.

Наиболее проблемными участками изображения СЗМ являются точки, где зонд касался поверхности не в одной точке, а в нескольких. В этих точках наблюдается потеря информации. Алгоритм карты достоверности может пометить те точки, где зонд, вероятно, касался поверхности только одной точкой. Алгоритм карты достоверности, следовательно, может использоваться для выделения на изображении СЗМ-данных, поврежденных в результате взаимодействия с зондом необратимым образом. Для анализа данных СЗМ на изображениях с большими уклонами всегда важно проверять наличие подобных точек. В Gwyddion можно использовать функцию карты достоверностей для их создания (**Data Process → Tip → Certainty map**).

Отчет должен содержать изображение формы иглы, расчет отношения аспекта A_r , СЗМ-изображение до и после применения фильтра *Эрозия* и карту достоверности.

3. Приборы зондовой микроскопии

В настоящее время в мире существует достаточно большое количество компаний, занимающихся разработкой зондовых микроскопов. Среди зарубежных компаний можно отметить следующие: Agilent Technologies, Anasys Instruments, Asylum Research, Bruker, JPK Instruments, Nanonics Imaging, Nanosurf, Novacam Technologies, Novascan, Park Systems, WITec и другие.

В России также есть компании, производящие подобную высокотехнологичную продукцию. Остановимся на них по подробнее.

В настоящее время среди другого выпускаемого оборудования компания АНО «Институт нанотехнологий МФК» производит нанотехнологический комплекс «Умка». Данная установка спроектирована на базе сканирующего туннельного микроскопа (СТМ), позволяющего исследовать как проводящие, так и слабопроводящие материалы. В комплекс также входит установка для заточки зондов СТМ.

Компания ЗАО «NT-MDT» — российская компания, созданная в Зеленограде в 1989 году, занимающаяся производством сканирующих зондовых микроскопов для образования, научных исследований и мелкосерийного производства. В настоящее время компания производит достаточно широкий модельный ряд зондовых микроскопов с различной конфигурацией дополнительного оборудования, а также широкий ассортимент аксессуаров и расходных материалов: кантилеверы, калибровочные решетки, тестовые образцы.

Компания ООО «АИСТ-НТ» — российская компания, созданная в Зеленограде в 2007 году группой разработчиков, вышедших из ЗАО «NT-MDT». Занимается производством сканирующих зондовых микроскопов. В настоящее время компания производит 2 уникальных прибора, а также аксессуары и расходные материалы для СЗМ.

Компания ООО «Нано Скан Технологии» — российская компания, основанная в Долгопрудном в 2007 году. Специализируется на разработке и производстве сканирующих зондовых микроскопов и комплексов на их основе для научных исследований и образования. В настоящее время компания разработала и производит 2 модели сканирующих зондовых микроскопов исследовательского класса и 4 научно-исследовательских комплекса на основе СЗМ. Научно-исследовательские комплексы, производимые этой компанией, включают в себя СЗМ, оптическое и спектральное оборудование для комплексных исследований свойств объектов изучения.

На базе Технологического института сверхтвердых и новых углеродных материалов (ФГБНУ ТИСНУМ) организовано производство сканирующих нанотвердомеров серии «НаноСкан», сочетающих возможности классических наноинденторов и сканирующих зондовых микроскопов, имеющих ряд дополнительных уникальных возможностей.

Компания ООО НПП «Центр перспективных технологий» — российское предприятие, работающее в области нанотехнологий. Создано в 1990 году. Специализируется на производстве сканирующих зондовых микроскопов «ФемтоСкан», атомных весов и аксессуаров, а также на разработке программного обеспечения. Является первой компанией, предложившей комплекс программного обеспечения для управления СЗМ через Интернет.

На базе продукции компании ООО НПП «Центр перспективных технологий» — сканирующих зондовых микроскопов «ФемтоСкан» — в рамках данного учебного пособия и проводится знакомство с основами зондовой микроскопии. В последующих главах представлена информация об устройстве микроскопа «ФемтоСкан», его спецификация, устройство, а также приведена информация об особенностях его настройки и использования.

3.1. Зондовый микроскоп «ФемтоСкан»

В микроскопе «ФемтоСкан» реализовано более 50 различных режимов сканирующей зондовой микроскопии, в том числе:

- контактная атомно-силовая микроскопия;
- резонансная атомно-силовая микроскопия;
- бесконтактная атомно-силовая микроскопия;
- сканирующая фрикционная микроскопия;
- сканирующая туннельная микроскопия;
- туннельная спектроскопия;
- сканирующая резистивная микроскопия;
- электростатическая микроскопия;
- магнитно-силовая микроскопия;
- силовое картирование поверхности;
- нанолитография;
- и другие.

3.1.1. Спецификация зондового микроскопа «ФемтоСкан»

Основные особенности СЗМ «ФемтоСкан»:

- строго вертикальное начальное сближение зонда-образца;
- начальный подход — шаговый двигатель;
- диапазон начального подхода до 4 мм;
- величина шага начального сближения 30 нм;
- типичный тепловой дрейф меньше 1 нм/с;
- горизонтальное положение образца;
- размер образца до 15 мм в диаметре, 5 мм в высоту;
- закрепление образца с помощью магнитного держателя.

Блок электроники «ФемтоСкан»:

- контроль данных и обратной связи осуществляется цифровым сигнальным процессором с частотой работы 133 МГц;
- максимальное напряжение X , Y , и Z усилителей (± 135) В;
- 7-канальный 16-битный ЦАП с временем установления 10 мкс для X , Y , Z и напряжения;
- 2 частотных генератора разрядностью 32 бита;
- 2 встроенных 16-битных АЦП с временем установления 10 мкс;
- усилитель туннельного напряжения с диапазоном выходного сигнала (± 10) В.

Режим туннельной микроскопии:

- измерения в режимах постоянной высоты, постоянного туннельного тока, туннельной спектроскопии;
- измерение зависимостей $I(U)$, $I(Z)$ в выбранных точках;
- диапазон регистрации туннельного тока 10 пА — 10 нА;
- диапазон изменения напряжения (± 9) В;
- разрешение на ВОПГ 0,2 нм.

Режим атомно-силовой микроскопии:

- измерения в режимах постоянной высоты, постоянной силы, сил трения;
- измерения в модуляционных режимах;
- резонансная мода («полуконтакт»);
- разрешение на слюде 0,4 нм.

Режим сканирующей резистивной микроскопии:

- режим предназначен для получения картины распределения электрической проводимости поверхности образца одновременно с регистрацией рельефа поверхности;
- разрешение 1 нм;
- электрический ток 300 пА — 0,3 мкА;
- диапазон измерения контактного сопротивления 1 кОм — 10 МОм.

3.1.2. Устройство микроскопа «ФемтоСкан»

Как упоминалось выше, на микроскопе «ФемтоСкан» реализовано более 50 режимов СЗМ. Для реализации двух принципиально отличающихся методик (АСМ и СТМ) в составе микроскопа имеются две различные головные части, предназначенные для крепления зондов и измерения сигналов. Общим узлом для этих методов является основа микроскопа, в которой располагается пьезоманипулятор и механическая часть для грубого подвода образца. Более подробное описание конструкции микроскопа приведено в руководстве пользователя прибором.

Схема конструкции системы в режимах атомно-силовой микроскопии представлена на рис. 3.1. Для осуществления сканиро-

вания и работы обратной связи образец размещается на трехкоординатном манипуляторе (сканере) и перемещается относительно неподвижного зонда. Иногда встречаются системы сканирования, в которых зонд размещается на манипуляторе и перемещается относительно неподвижного образца.

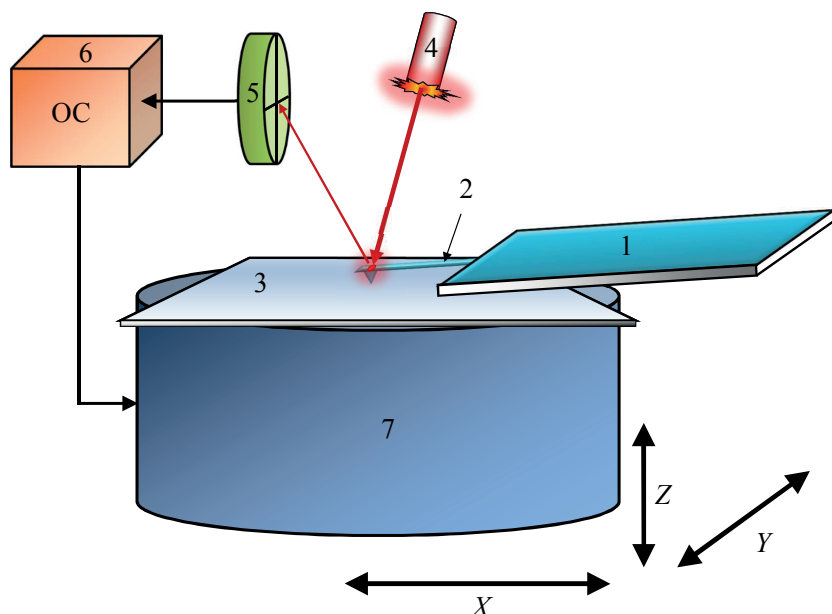


Рис. 3.1. Схема механической части АСМ:

1 — кантилевер; 2 — балка кантилевера с зондом; 3 — образец; 4 — лазер; 5 — четырехсекционный PIN-фотодиод; 6 — система управления пьезосканером с обратной связью; 7 — трехкоординатный пьезосканер

Манипуляторы делятся на две группы. Первая группа предназначена для грубого регулирования расстояния между кантилевером и образцом, вторая — для прецизионного перемещения в процессе сканирования. Точность перемещений при сканировании составляет сотые доли ангстрема. Такую точность позволяют

достичь манипуляторы, изготовленные из пьезокерамических материалов. При подаче электрического напряжения на электроды манипулятора за счет обратного пьезоэффекта происходит изменение его геометрических размеров по всем трем направлениям и, следовательно, перемещение образца по этим направлениям (например, вдоль взаимно перпендикулярных осей X , Y и Z). От максимального поля сканирования пьезосканером зависит качество картинки при сильном увеличении. Чтобы с помощью 10-микронного сканера (максимальная область сканирования 10×10 мкм) увидеть атомную решетку на графите, стабильность поддержания напряжения должна быть не хуже 10^{-6} .

Ключевым элементом микроскопа является зонд, который в атомно-силовой микроскопии называется кантилевером (от англ. *cantilever* — консоль, балка, рис. 3.2). Он представляет собой упругую пластинку — микроконсоль, на свободном конце которой сформировано острие — остроконечная пирамидка высотой 5–10 мкм. Как правило, кантилеверы изготавливаются из кремния или нитрида кремния. Геометрические размеры микроконсоли определяют ее механическую жесткость. Механическая жесткость кремниевого кантилевера длиной 250 мкм, шириной 35 мкм и толщиной 1 мкм составляет 0,1 Н/м.

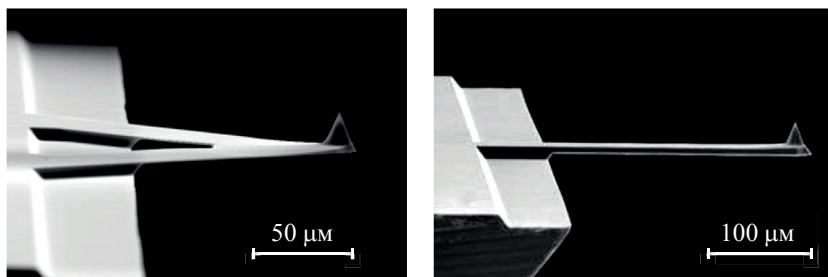


Рис. 3.2. Изображение кантилеверов для атомно-силовой микроскопии

Во время сканирования атомно-силовой микроскоп осуществляет прецизионную регистрацию величины изгиба кантилеве-

ра, возникающего вследствие силового взаимодействия между образцом и зондом, расположенным на конце кантилевера. Это происходит с помощью оптической системы регистрации, состоящей из лазера и фотодиода (см. рис. 3.1). Луч лазера направляется на гладкую поверхность кантилевера, отражается от нее и попадает на приемный фотодиод, который определяет положение светового пятна. При изгибе кантилевера отраженный от него луч лазера смещается относительно центра фотодиода. Таким образом, величина изгиба кантилевера может быть определена по относительному изменению освещенности верхней и нижней половинок фотодиода. За счет применения такой оптической схемы малые перемещения кантилевера можно преобразовать в существенно большие сдвиги светового пятна по чувствительной зоне фотодиода, причем использование четырех секций позволяет разделить смещение по высоте Z и в плоскости образца XY . Отношение перемещения пятна по фотодиоду к величине изгиба кантилевера (при его длине 100 мкм и расстоянии до фотоприемника 5 см) составляет приблизительно 1000 раз. Таким образом, при нанометровых перемещениях кантилевера надо регистрировать микронные сдвиги светового пятна на фотодиоде.

Одним из источников вибраций элементов конструкции зондовых микроскопов являются акустические шумы различной природы. Особенностью акустических помех является то, что акустические волны непосредственно воздействуют на элементы конструкции головок СЗМ. Это приводит к колебаниям зонда относительно поверхности исследуемого образца. Для защиты СЗМ от акустических помех применяется защитный колпак, позволяющий существенно снизить уровень акустической помехи в области рабочего промежутка микроскопа.

Схема системы, сконфигурированной для работы в режиме туннельной микроскопии, изображена на рис. 3.3. Как и в случае АСМ-режимов, в режиме СТМ в микроскопе «ФемтоСкан» образец располагается на трехкоординатном манипуляторе, который

осуществляет грубый подвод образца к зонду, а также перемещает образец во время сканирования. В туннельном режиме проводящий образец подключается к цепям формирования и измерения тока. В качестве зонда обычно используется либо заточенная с помощью электрохимических методов вольфрамовая игла, либо перерезанная платино-иридиевая проволока. В режиме СТМ образец подводится к зонду до момента возникновения между ними туннельного тока, то есть не доходит до момента касания зондом поверхности.

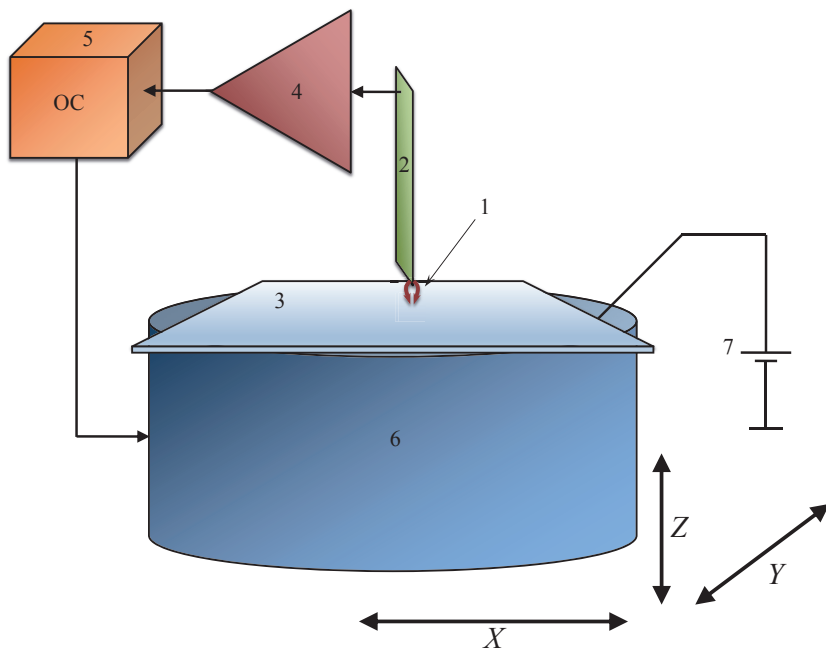


Рис. 3.3. Схема микроскопа в режиме СТМ:

- 1 — область протекания туннельного тока; 2 — зонд; 3 — образец;
- 4 — преобразователь ток-напряжение; 5 — система управления пьезосканером с обратной связью; 6 — трехкоординатный пьезосканер;
- 7 — источник напряжения

После подвода сканирование может осуществляться в режимах постоянной высоты или постоянного тока. В первом случае происходит регистрация тока при неизменной высоте сканирования, то есть на изображении получаем распределение электронной плотности по поверхности образца. Во втором случае система обратной связи микроскопа сохраняет постоянно величину туннельного тока при сканировании, варьируя при этом расстояние между зондом и образцом. В режиме постоянного тока на изображении получаем топографию поверхности. Тем не менее однозначно отнести изображения, полученные в этом режиме, к топографии нельзя, так как проводимость различных участков поверхности может существенно отличаться.

3.1.3. Цепь обратной связи

Система обратной связи (ОС) СЗМ — совокупность элементов СЗМ, с помощью которой при сканировании либо удерживается постоянным расстояние между зондом и поверхностью образца, либо поддерживаются на постоянном уровне другие величины. Система ОС СЗМ сконструирована так, чтобы обеспечить возможность намеренного изменения ее параметров. Аналогичные системы используются во многих устройствах с автоматическим регулированием. Для построения обратной связи используется пропорционально-интегральная схема. В этой схеме управляющий сигнал формируется на основании отклонения регистрируемого параметра от заданного (пропорциональное звено П), с одной стороны, и путем суммирования ошибки отклонения (интегральное звено И) — с другой.

Пропорциональная компонента обеспечивает отклик системы на резкие изменения сигнала рассогласования, то есть достаточно высокое значение П является необходимым условием для достоверного изображения мелких деталей поверхности.

Интегральная компонента контролирует отклик системы в области низких частот: обеспечивает обработку крупных де-

талей поверхности и компенсацию наклона образца относительно оси сканера и дрейфа геометрических характеристик системы.

Конкретные значения P и I зависят от особенностей конструкции конкретного СЗМ (конструкции и характеристик сканера, кантилевера и усилителей, а также особенностей конкретного алгоритма, используемого для обработки входного сигнала в цифровой системе ОС и т. д.), режима работы СЗМ (значений сигнала, размера скана, скорости сканирования и т. п.), а также особенностей исследуемой поверхности (степени шероховатости, масштаба особенностей топографии, твердости материала и прочего). Таким образом, для обеспечения достоверности и воспроизводимости топографических данных требуется тщательная подборка оптимальных значений P и I для каждого конкретного случая. Большое количество факторов, которые необходимо принимать при этом в расчет, не позволяет дать конкретный рецепт для подбора оптимальных значений звеньев ОС. Существуют, однако, общие принципы, которыми следует руководствоваться в процессе оптимизации режима работы ОС.

Для контактного режима в режиме постоянной силы надо выбирать большие значения интегрального и пропорционального звеньев. Однако трудность подбора параметров ОС заключается в том, что если выбрать слишком большие значения пропорционального и интегрального звеньев, то система перейдет в режим автоколебаний — образец будет хаотически соударяться с кантилевером.

В режиме контактной атомно-силовой микроскопии измеряемой величиной является отклонение D кантилевера от начального положения. Обычно при сканировании поверхности без использования системы обратной связи мы получаем карту распределения отклонения кантилевера по поверхности образца — массив данных $D(x, y)$. Существование связи отклонения D и вертикального положения z образца делает возможным использование сис-

темы обратной связи для поддержания постоянной силы взаимодействия зонда с поверхностью при сканировании. Отклонение кантилевера D в контактном режиме работы атомно-силового микроскопа совпадает с изменением положения образца по вертикали $D = \Delta z$.

Методика сканирования поверхности с использованием обратной связи заключается в следующем. Зонд приближают к поверхности до тех пор, пока кантилевер в результате взаимодействия с поверхностью не отклонится на заранее заданную величину. После этого запускают сканирование по горизонтальным координатам (x, y) , а отклонение кантилевера поддерживают постоянным, для чего при сканировании используют связь отклонения с положением образца. Положение образца по вертикали изменяют с помощью системы обратной связи так, чтобы отклонение кантилевера от изначального свободного положения над поверхностью было постоянным в каждой точке. Таким образом, движение образца будет повторять профиль исследуемой поверхности $Z(x, y)$. Сканирование по координатам (x, y) осуществляется по известному закону, и полученные данные будут зависеть от скорости движения зонда и времени.

При работе стандартной схемы обратной связи величина перемещения образца по вертикальной оси Δz в каждой точке определяется на основании отклонения кантилевера, измеренного в этой и предыдущих точках. Смещение образца по вертикали происходит после перемещения кантилевера в данную точку поверхности и его отклонения от предыдущего положения. Это отклонение кантилевера обычно называется ошибкой обратной связи. Ошибка обратной связи принципиально не может быть устранена, поскольку само движение зонда по вертикали должно предшествовать реакции системы обратной связи на это движение.

Системы обратной связи могут быть реализованы разными способами. Существуют схемы с использованием различных ком-

бинаций интегральных, пропорциональных, дифференциальных и других видов звеньев цепи обратной связи. Наиболее распространенной в СЗМ является цепь обратной связи с использованием интегрального и пропорционального звена. Такая система для вычисления значения сигнала обратной связи в данной точке поверхности $Z(x, y)$ использует с определенными весовыми коэффициентами значения отклонения, измеренные в данной и всех предыдущих точках поверхности. В общем виде такая схема может быть записана следующей формулой:

$$Z(x, y) \equiv Z(t) = \xi_{II} \Delta Z(t) + \xi_{II} \int_0^t \Delta Z(\psi) d\psi, \quad (3.1)$$

где ξ_{II} , ξ_{II} — коэффициенты пропорционального и интегрального звена цепи обратной связи.

Для настройки весовых коэффициентов звеньев цепи обратной связи в выходной сигнал блока электроники добавляется сигнал $Z_0(t)$, который меняется во времени по определенному закону. Система обратной связи обрабатывает поступающие к ней данные и вырабатывает соответствующий сигнал движения образца $Z(t)$, который вычитается из $Z_0(t)$. Получившаяся разность подается на вход измерительной системы электронного блока и опять попадает в систему обратной связи.

Основной задачей подстройки параметров цепи обратной связи является повторение микроскопом заданного сигнала с минимальным отклонением от его величины и формы.

В целом чем больше значения П и И, тем точнее цепь обратной связи отрабатывает черты сканируемой поверхности и тем достовернее данные, получаемые при сканировании. Однако при превышении некоторых критических значений И система ОС проявляет склонность к самовозбуждению. Наличие интегральной компоненты приводит к отставанию общего отклика

ОС по фазе относительно сигнала рассогласования. Если для каких-то частотных компонент сигнала это отставание превышает 90° , ОС для них становится положительной, что является предпосылкой самовозбуждения системы на этих частотах. Наиболее простой полуэмпирический способ поиска значений коэффициентов обратной связи описывается методом Зиглера — Никкольса. Он включает в себе несколько этапов. Описание алгоритма настройки параметров по этому методу приведены в п. 6.2.

3.1.4. Структура программного обеспечения

Программное обеспечение работает в операционных системах семейства Windows. Вся структуру программного обеспечения можно разделить на несколько уровней (рис. 3.4). Самый нижний уровень — программа сигнального процессора платы DSP, установленной в блоке управления. Второй уровень — драйвер операционной системы, позволяющий обмениваться данными с платой DSP через порты ввода-вывода. Третий уровень — сервер, обеспечивающий удаленное подключение и, наконец, четвертый — клиентская программа, с которой работает пользователь. Такая структура обусловлена требованиями, предъявляемыми к системе: точная синхронизация процессов, высокая скорость передачи данных, поддержка работы по сети, удобство использования. Синхронизацию обеспечивает плата DSP, большая скорость передачи данных достигается за счет отказа от стандартной схемы связи через медленные устройства передачи данных и установки интерфейсной DSP-платы непосредственно на разъеме материнской платы серверного компьютера, сетевые возможности обеспечиваются введением структуры клиент-сервер, удобство дает использование наиболее распространенной операционной системы Windows.




Рис. 3.4. Структура программного обеспечения

3.1.5. Запуск программы управления СЗМ

Для запуска программы необходимо выполнить следующие шаги.

1. Запустите программу Fmboard.
2. Запустите программу FemtoScanOnlineVV.

3. Подсоединитесь к серверу в режиме мастера. Для этого выберите команду меню (кнопка ).

СЗМ → Подключиться мастером

4. Если вы работаете за компьютером, который непосредственно управляет микроскопом, то во всплывающем окне поставьте галочку напротив надписи LocalMachine, как указано на рис. 3.5. Подключение к серверному приложению осуществляется через порт 25000. Это значение менять не следует.

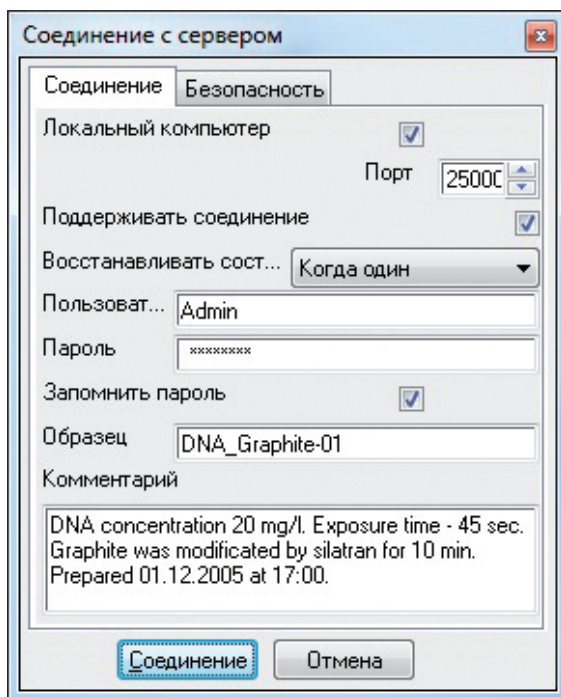



Рис. 3.5. Соединение с сервером

5. Для удобства дальнейшей работы полезно заполнить поля **Образец** и **Комментарий**. Запись в поле **Образец** будет слу-

жить составляющей частью имен файлов данных ваших образцов. В поле **Комментарий** запишите сведения, которые могут быть вам полезны при анализе полученных экспериментальных результатов. Позднее эта запись будет сохранена в файлах изображения (данных), и вы сможете к ней обратиться.



6. Нажмите кнопку  для соединения с серверным приложением Fmboard.
7. Пункты 1–5 можно выполнять при выключенном блоке электроники. Перед выполнением настоящего пункта необходимо включить блок электроники. После включения блока электроники следует выполнить

СЗМ → Старт → Загрузить

При выполнении этой операции происходит загрузка исполняющей программы в управляющий микроконтроллер и калибровка АЦП в электронном блоке.

Сканирующий зондовый микроскоп «ФемтоСкан Онлайн» готов для выбора режимов и проведения измерений.

3.1.6. Обработка изображений в пакете ПО «ФемтоСкан Онлайн»

Обработка изображений осуществляется в несколько этапов.

1. Открытие файлов.

Программа может работать с файлами, полученными на микроскопах «ФемтоСкан» (*.spm), «Nanoscope II» (*.0??), «Nanoscope III» (*.0??), «Omicron» (*.par) и некоторых других. Программа автоматически распознает формат файла по его содержанию, расширение используется только для удобства пользователя.

Для того чтобы открыть файл, нажмите на иконку или выберите команду меню **Файл → Открыть**.

2. Внешний вид окна изображения.

Настройка внешнего вида окна изображения производится из меню **Вид** → **Настройки** (рис. 3.6) или в разделе выпадающего меню, появляющегося при нажатии правой кнопкой мыши на изображении.

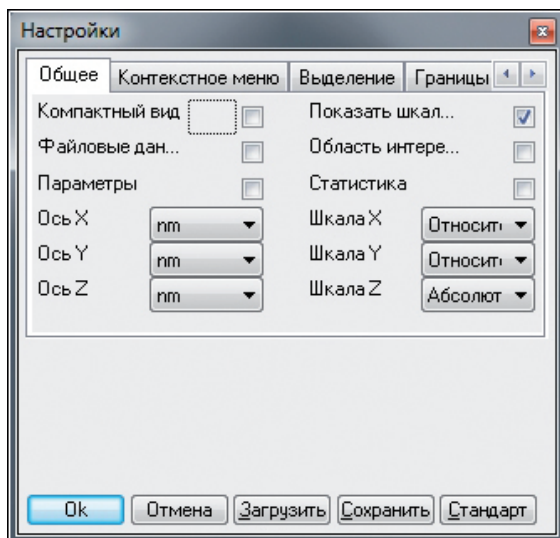


Рис. 3.6. Настройки внешнего вида окна изображения

Компактный вид: изображение может быть представлено в компактном или расширенном виде. В первом случае границы окна изображения будут совпадать с границами рисунка, и вся дополнительная информация будет отображаться поверх него. Такой вид удобен для минимизации размеров окон в самой программе. Во втором случае вокруг рисунка будут поля, на которых будет отображаться дополнительная информация.

Показать шкалу — показывает справа от изображения его палитру.

Способ подписи данных по осям X, Y и Z: абсолютными называются координаты сканера микроскопа, информация о них запи-

сана в каждом файле. Относительными называются оси, построенные от самой нижней точки по Z на изображении и от нижнего левого угла картинке по X , Y .

3. Работа с палитрой.

Вид изображения во многом зависит от того, какие цвета поставлены в соответствие высотам палитры. В программе есть несколько готовых цветовых палитр. Выбор палитры осуществляется нажатием правой кнопки мыши на изображении палитры — в ответ появляется выпадающее меню со списком палитр. Если рисунки будут распечатаны на черно-белом принтере, то рекомендуется выбрать шкалу оттенков серого с линейной зависимостью.


4. Экспорт файлов.

Отчет о лабораторной работе должен содержать изображения, полученные на всех этапах обработки изображения. Для сохранения файлов выберите команду меню **Файл** → **Экспорт**. В программе предусмотрен экспорт изображений в файлы рисунков в форматах Bitmap, Jpeg и Tiff. Рекомендуется использовать формат Tiff, поскольку он позволяет сохранять изображение в сжатом виде без потери качества. При экспорте рисунков, чтобы сохранить информацию об осях X , Y и цветовую шкалу Z , нужно в диалоговом окне **Экспорт файлов** установить параметр *Экспорт с декорациями* в значение **Да**.


5. Оптимизация шкалы.

Все математические операции, фильтры и преобразования производятся во внутреннем целочисленном представлении. Поэтому в некоторых случаях может происходить потеря точности при округлении или переполнение, если целочисленные значения находятся в слишком узком или слишком широком диапазоне. Чтобы избежать потери точности, перед каждой математической операцией производится операция **Оптимизировать шкалу** (кнопка).


6. Фильтр Винера .

Для вызова функции выполните  команду **Математика** → **Фильтр Винера** или нажмите кнопку на панели управления.

7. Медианная фильтрация.

Эта операция выполняется с помощью команды **Математика** → **Медианный фильтр** или с помощью кнопки . В качестве маски может выступать квадрат с произвольной длиной стороны. Выбор большой маски приводит к значительному размытию изображения.

8. Выравнивание.

Выравнивание осуществляется по команде **Математика** → **Выравнивание** или при нажатии кнопки , которая находится на панели инструментов. При выполнении этой команды появляется окно параметров (рис. 3.7), в котором можно указать тип вычитаемой поверхности: **Линейная** для поверхности первого порядка (плоскости) или **Параболическая** для поверхности второго порядка.

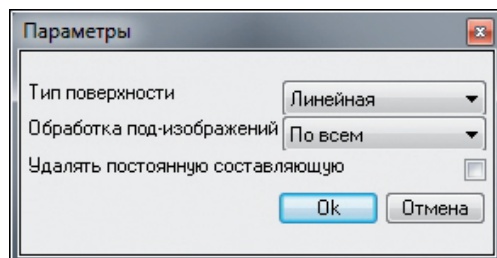





Рис. 3.7. Окно параметров при выравнивании

СЗМ-изображения, как правило, содержат постоянную составляющую, которая не несет полезной информации о рельефе поверхности, а отражает лишь общий наклон исследуемой поверхности образца от горизонтали.

9. Усреднение по строкам.

Подробное описание этой функции дано в п. 2.1. Усреднение по строкам может быть выполнено командой **Математика** → **Усреднение по строкам/Все изображения** или с помощью кнопки .

10. Боковая подсветка.

При нажатии на кнопку на изображении включается и выключается боковая подсветка. При включении этой операции изменяется цвет каждой точки изображения. Новый цвет точки определяется уже не ее высотой, а углом наклона поверхности в данной точке (такого рода операцию называют градиентным преобразованием). Чтобы подсветить представляющую интерес область, выделите ее с помощью одного из инструментов выделения (кнопки ) и подстройте палитру под выделенную область (кнопка ).

11. Анализ шероховатости поверхности.

Функция **Математика** → **Анализ шероховатости** вычисляет набор параметров, характеризующих шероховатость поверхности на выделенном участке или на всем изображении. При вызове функции появляется диалоговое окно параметров (рис. 3.8), в котором могут быть настроены некоторые опции для дальнейшего анализа. Для того чтобы определить среднюю шероховатость поверхности, строят несколько ее сечений. Диалоговое окно параметров дает возможность выбрать количество таких сечений, расстояние между соседними сечениями, длину сечений и угол их наклона к горизонтали.

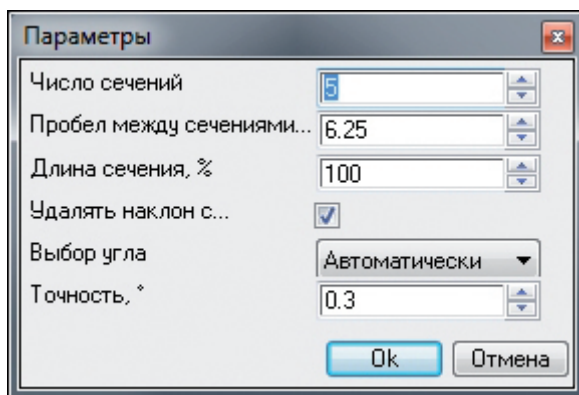



Рис. 3.8. Окно настройки параметров анализа шероховатости

Угол наклона можно задавать вручную. Если же шероховатость представляет собой слоистую структуру, то лучше использовать автоматическое определение угла. В этом случае сечения будут проведены в направлении, перпендикулярном направлению с наименьшей шероховатостью. Параметр **Точность** — это шаг по углу, который используется при построении графика.

12. Преобразования Фурье.

Преобразование Фурье является мощным средством обработки и анализа изображений. Рассмотрим его применение для измерения параметров решетки на примере файла Graphite.001. Получить представление двумерного изображения в фурье-пространстве можно с помощью команды **Операции** → **Фурье** или кнопки . При этом на экран будет выведено окно с фурье-образом изображения (рис. 3.9).

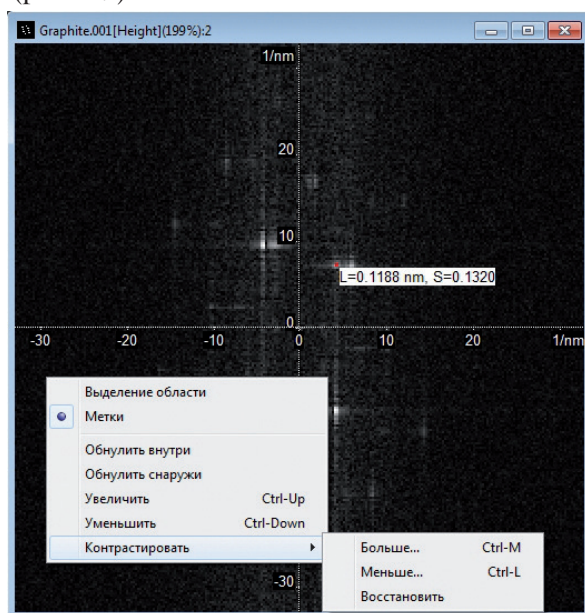



Рис. 3.9. Окно с фурье-образом изображения

При нажатии правой кнопкой мыши на изображение появляется меню. Выберите режим курсора **Метки**. При помощи курсора установите отметку на одном из пиков изображения. В подписи к выделенной точке будут указаны два параметра: L — это период решетки a в нанометрах, соответствующий выбранной точке, а S — это ненормированная интенсивность спектральной плотности в данной точке фурье-плоскости. Если похожее изображение не наблюдается, попробуйте уменьшить контрастность.

13. Исправление искажений.

Еще один тип искажений связан с нелинейностью и неортогональностью перемещений сканера в плоскости XU . Это приводит к искажению геометрических пропорций в различных частях СЗМ-изображения поверхности. Для устранения таких искажений производят процедуру коррекции СЗМ-изображений с помощью файла коэффициентов коррекции, который создается при сканировании конкретным сканером тестовых структур с хорошо известным рельефом (кнопка ).

При вызове функции появляется окно с параметрами, в котором необходимо задать имя файла, содержащего коэффициенты гистерезиса (рис. 3.10).

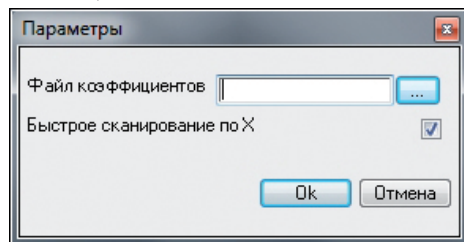



Рис. 3.10. Настройка параметров для исправления искажений

Выполним корректировку искажений на примере графита, для которого с помощью анализа Фурье был определен параметр решетки a . Создание файла калибровки сводится к следующим действиям пользователя:

- на изображении образца последовательно с помощью логотипа (кнопка ) отметьте узловые точки, расстояние между которыми известно;
- выберите команду **Операции** → **Создать калибровочную кривую** —появится окно с двумя колонками (рис. 3.11). В левой колонке обозначены параметры (номера и измеренные длины промежутков), в правой — те значения, которые нужно установить. Отредактируйте правую колонку, впишите известные длины расстояний между точками (к примеру, несколько периодов решетки a);
- для сохранения файла нажмите **Ок**. По предложению программы сохраните файл калибровки в нужное место на диске.

Таким образом, стандартное программное обеспечение зондового микроскопа «ФемтоСкан» включает в себя достаточно широкий набор средств по визуализации и обработке СЗМ-данных. Кроме того, изображения, полученные на сканирующем зондовом микроскопе, могут быть сохранены в одном из графических форматов, что позволяет использовать дополнительные возможности, предоставляемые современными пакетами компьютерных программ по обработке и коррекции изображений.

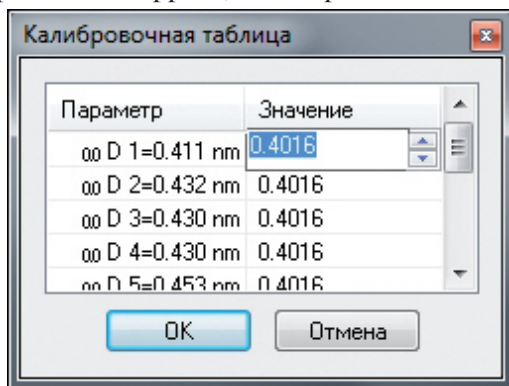


Рис. 3.11. Таблица для определения необходимых точек при построении калибровочных графиков

3.2. Сканирующий наноиндентор TI 750 Ubi

Сканирующий наноиндентор Hysitron TI 750 Ubi является прецизионным прибором исследовательского класса, предназначенным для выполнения полного спектра наномеханических испытаний с высочайшей чувствительностью и передовыми рабочими характеристиками. Модель разработана для автоматизированного сканирования поверхности при проведении квазистатических испытаний с высокой скоростью проведения измерений и стабильно высоким качеством. Прибор имеет в своем составе запатентованный компанией Hysitron трехпластинный емкостной датчик-преобразователь.

Функция автоматизации позволяет выполнять последовательно тысячи измерений без вмешательства пользователя. Это обстоятельство также позволяет повысить точность измерений за счет исключения из процесса набора статистического распределения пользователя. Автоматизированные квазистатическое индентирование, скретч-тесты, тесты на износ, тесты ползучести и релаксации напряжений — все с использованием СЗМ-методики, являются лишь малой частью из возможностей, которые открывает перед пользователем система наномеханических испытаний на платформе TI 750.

Микроскопия со сканирующим зондом (СТМ или АСМ) использует современную концепцию микроскопии. Для получения топографической карты исследуемой зоны *in situ* осуществляется растровое сканирование индентора по мере перемещения по образцу. Данная функция обеспечивает получение четкой картины поверхностной зоны, позволяющей проводить тестирование прочности мелких объектов с наивысшей точностью. Например, комбинация СЗМ-изображения и наноиндентирования позволяет проводить тестирования различных фаз сплава, присутствующих на поверхности. Благодаря высокой точности позиционирования возможно тестирование с высоким пространственным разрешением образцов, имеющих небольшую глубину проникновения. Анализ изображений, полученных при индентировании, позволяет проводить

качественную и количественную оценку топографии и параметров воздействия индентора, а также шероховатости поверхности.

3.2.1. Устройство установки

Схема сканирующего наноиндентора TI 750 Ubi приведена на рис. 3.12, а его технические характеристики системы перемещения по оси Z — ниже:

- длина перемещения 50 мм;
- разрешение при микрошаговом перемещении 3,1 нм;
- максимальная скорость перемещения 1,9 мм/с.

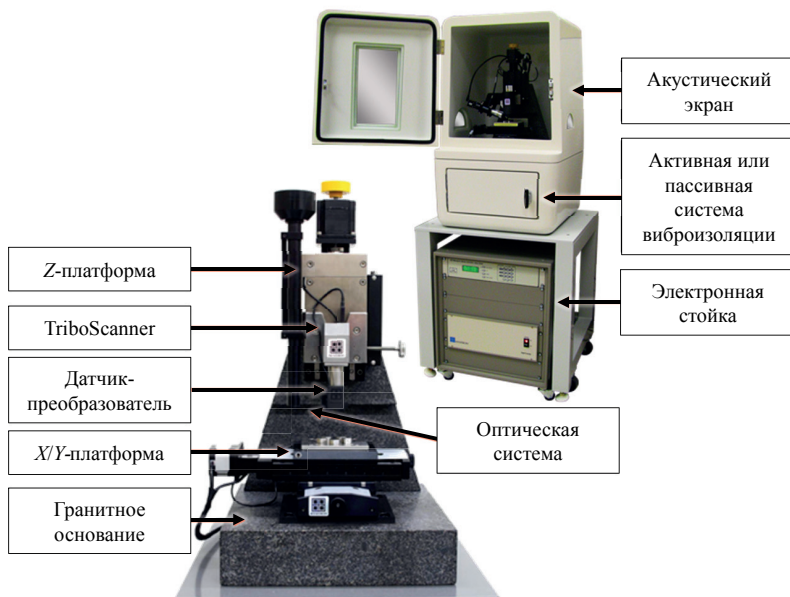


Рис. 3.12. Схема установки TI 750 Ubi

Основные компоненты оборудования систем для проведения наномеханических испытаний Hysitron таковы:

- гранитное основание с двухопорным мостиком используется в оборудовании Hysitron, чтобы обеспечить каркас для

- установки компонентов, температурную стабильность оборудования, уменьшить шумы, поступающие из окружающей среды, и резонансные частоты;
- автоматическая система перемещений по оси Z управляется при помощи поставляемого контроллера системы перемещений, расположенного в стойке электроники прибора, через компьютерную систему оборудования. Управление системой перемещения по осям X/Y осуществляется вручную;
 - оптическая система ПЗС-детектор (CCD) контролируется через USB и позволяет получать боковое изображение зонда и поверхности с максимальным разрешением 640–480 точек. Фокусировка регулируется путем ослабления и скольжения небольшого винта по оптической колонне вверх или вниз. Поляризационные линзы можно ослаблять и поворачивать для регулировки интенсивности света, попадающего на ПЗС-камеру. Контроллер интенсивности светодиодов имеет настройки «High» (высоко), «Low» (низко) и «Off» (выкл.), а также ручку регулирования интенсивности света;
 - пьезосканер Tribo Scanner разработан для точного позиционирования зонда для наноиндентирования до и после проведения измерений. Точность, обеспечиваемая трехосным пьезосканером, гораздо выше, чем для платформы перемещения по осям $X/Y/Z$, поэтому он используется для окончательного позиционирования зонда на поверхности образца. Основные характеристики трибосканера приведены далее: максимальный диапазон по оси $Z > 3$ мкм, а по осям $X/Y > 60$ мкм; тип пьезосканера — последовательная трубка; рабочее напряжение —185...+185 В на электрод. Кроме того, пьезосканер используется для *in situ* получения СЗМ-изображений поверхности образца до и (или) после индентирования или испытаний твердости. СЗМ-изображения позволяют получить качественную и количественную информацию об области измерений (например,

параметры шероховатости поверхности), определить характер разрушения (адгезия, раскалывание, нагромождение и т.д.), а также определить величину деформации при различных видах анализа;

- пассивная система виброизоляции гасит вибрации высоких частот благодаря массе гранитного основания и системе пружин;
- акустический экран минимизирует акустические шумы, блокирует воздушные потоки и выполняет роль термического буфера для уменьшения теплового дрейфа;
- электронная стойка включает в себя блок управления *performech* и блок регулирования системы перемещения. TI 750 Ubi работает под управлением высокопроизводительного блока управления *perfomech*, предоставляющего полный контроль над проведением измерений. Блок управления *perfomech* обеспечивает уровень флуктуации нагрузки на образец менее 30 нН, сверхбыструю обратную связь с частотой 78 кГц, осуществляет комплексные процедуры измерений, а также предоставляет возможность для пользователя устанавливать частоту сэмплирования по своему усмотрению в диапазоне до 30 кГц;
- регистрирующая аппаратура;
- трехдисковый датчик-преобразователь является ключевым элементом в системах Nysitron, благодаря которому данный прибор демонстрирует лучшую стабильность и чувствительность среди аналогов. Блок 1D-преобразователя (только для продольных усилий) состоит из датчика силы либо перемещения, панели управляющей схемы и металлических деталей, используемых для присоединения преобразователя к трибосканеру. Блок 2D-преобразователя (для продольных и поперечных усилий) состоит из компонентов блока 1D-преобразователя, к которым добавлены еще два датчика-преобразователя, расположенных под углом 90° к нему. Схемы поперечного сечения блоков 1D- и 2D-

преобразователей приведены на рис. 3.13. Нагрузка в таком датчике-преобразователе прикладывается электростатически (рис. 3.14). Для приложения нагрузки на нижнюю пластину подается подмагничивание постоянным током. Это приводит к электростатическому взаимодействию с центральной пластиной и ее соответствующему смещению к нижней (см. рис. 3.14, б). Нагрузка при этом рассчитывается из величины приложенного напряжения. В стандартном исполнении системы максимальная прикладываемая нагрузка составляет 10 мН. Технические характеристики блока преобразователя представлены в табл. 3.1. Работа по принципу емкостного приведения нагрузки позволяет минимизировать величины токов и, следовательно, уменьшить выделение джоулева тепла, тем самым снизить тепловой дрейф системы по сравнению с работой по принципу электромагнитного приведения нагрузки, оперирующей большими величинами токов.

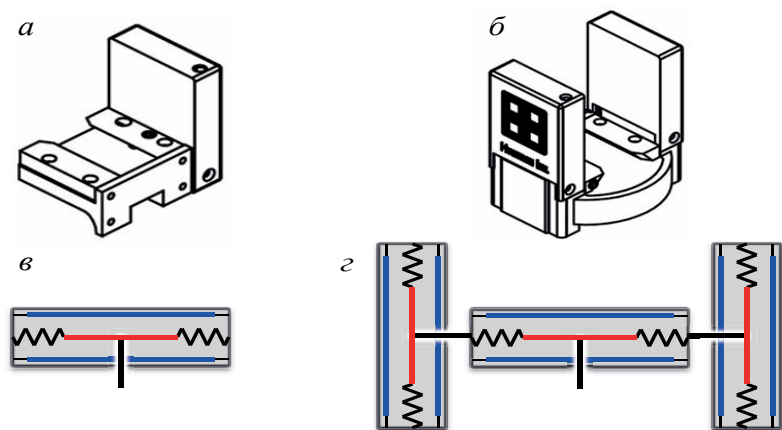


Рис. 3.13. Стандартные блоки преобразователей 1D (а) и 2D (б) и схемы их поперечного сечения (в) и (г) соответственно

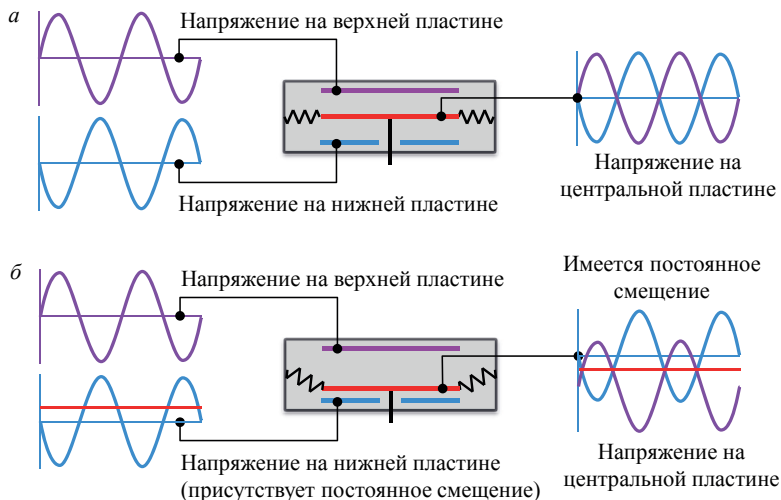


Рис. 3.14. Схема работы преобразователя для датчика в свободном состоянии (а) и под действием постоянной силы (б)

Таблица 3.1

Технические характеристики блока преобразователя

Параметр	Значения, ед. изм.	
	Ось Z	Ось X
Максимальная сила	10 мН	2 мН
Разрешение нагрузки	1 нН	3 мкН
Уровень шумов нагрузки	100 нН	10 мкН
Максимальное перемещение	5 мкм	15 мкм
Разрешение смещения	0.04 нм	4 нм
Уровень шумов смещения	0.2 нм	10 нм
Тепловой дрейф	< 0.05 нм/с	< 0.05 нм/с

3.2.2. Программное обеспечение TriboScan

Программа TriboScan 9 и ее дальнейшие версии организованы в виде вложенных вкладок.

Основной закладкой ПО TriboScan (и закладкой по умолчанию при запуске) является окно *Sample Navigation* (*Навигация по образцу*). Данное окно состоит из трех основных областей: видеосигнала, управления столиком с образцом, границ образца. Оператор может управлять перемещением столика, осуществляя навигацию по образцу и между образцами (если смонтировано несколько), задавать границы области анализа, где будут проведены дальнейшие тесты. Как только была создана граница образца, можно сохранить рабочее пространство, чтобы иметь доступ к этой области на образце в любой момент включения прибора.

Закладка *Load Function* (*Функция нагружения*) следует за окном *Sample Navigation* и содержит инструменты, необходимые для создания и редактирования наномеханических тестов, которые будут выполнены на приборе. В зависимости от комплектации прибора данное окно может содержать дополнительные модули и вкладки. В ПО существует возможность сохранения пользовательских функций нагружения. Также возможно быстрое проведение индентирования на позиции изображения и в рамках заданной границы образца, выводимого с оптики в данный момент. Для этого нужно просто нажать кнопку **Perform Indent**.

Закладка *Analysis* (*Анализ*) содержит необходимые инструменты и функции для обработки данных, полученных на оборудовании Hysitron. Анализ результатов квазистатического индентирования (последовательность выбора *Analysis* — *Indent* — *Quasi*) используется для всех тестов с открытой обратной связью, а также тестов с контролем нагрузки или смещения.

Подробное описание работы на наноинденторе TI 750 Ubi в программе TriboScan приведено в гл. 8.

РАЗДЕЛ Б. ЛАБОРАТОРНЫЙ ПРАКТИКУМ

Лабораторный практикум, представленный в данном издании, разработан для обучающихся, не имевших опыта работы с зондовыми микроскопами и впервые знакомящихся с методиками СЗМ и наноиндетнирования.

В ходе выполнения практикума студенты познакомятся с конструкцией, принципом работы, настройкой и калибровкой приборов «ФемтоСкан» и Hysitron TI 750 Ubi. Проведут измерения поверхности стандартных образцов в режимах АСМ, РАСМ и СТМ. Познакомятся с методиками туннельной спектроскопии и нанолитографии. Изучат принципы формирования и основные методики обработки СЗМ-изображений на практике. Определят параметры шероховатости и прочностные характеристики изучаемых материалов.

4. Устройство и принципы работы зондового микроскопа «ФемтоСкан». Анализ и обработка СЗМ-изображений

В настоящей работе рассматриваются основные методики сканирующей зондовой микроскопии, а также устройство, принципы работы и настройка зондового микроскопа «ФемтоСкан». Практикум предполагает обучение основным навыкам работы

с программным обеспечением «ФемтоСкан Онлайн» и проведению анализа и обработки изображений, полученных с помощью сканирующих зондовых микроскопов.

4.1. Цели и задачи работы

В данной работе цели и задачи следующие.

1. Изучение основ сканирующей зондовой микроскопии, различных методик и режимов СЗМ. Знакомство с устройством зондового микроскопа «ФемтоСкан».
2. Изучение принципов формирования и обработки СЗМ-изображений. Применение основных методик обработки.
3. Изучение основ анализа поверхности материалов. Измерение основных характеристик поверхности материалов на основе полученных СЗМ-изображений.

При работе необходимо следовать нижеприведенному алгоритму. Установку кантилевера в держатель проводить только при возникновении необходимости и под присмотром преподавателя.

4.2. Ход работы

Подробности работы и описание необходимых функций приведено в п. 3.1.6, в котором представлена информация о методах обработки изображений в программе «ФемтоСкан Онлайн». Для успешного получения навыков работы по обработке СЗМ-изображений тщательно изучите п. 3.1.6 настоящего пособия и выполните следующие действия.

1. Откройте файл с СЗМ-изображением, предложенный преподавателем.
2. С помощью настройка внешнего вида окна изображения (**Вид** → **Настройки**) представьте изображение в двух вариантах: в компактном или расширенном виде. Произведите настройку палитры и отображение координатных осей.
3. Представьте изображение с помощью нескольких готовых цветовых палитр.

4. Произведите экспорт изображений с разными палитрами с использованием инструмента «Экспорт файлов». Для отчета рекомендуется использовать формат Tiff, поскольку он позволяет сохранять изображение в сжатом виде без потери качества. Изображение в отчете должно содержать подписанные оси X , Y и цветовую шкалу Z . При экспорте рисунков, чтобы сохранить эту информацию, нужно в диалоговом окне «Экспорт файлов» установить параметр *Экспорт с декорациями* в значение *Да*.
5. Перед применением фильтров ознакомьтесь с операцией «Оптимизировать шкалу» (кнопка) (см. п. 3.1.6).
6. Примените различные варианты фильтрации изображений и сохраните результаты в отчет. Необходимо проиллюстрировать применение следующих фильтров: фильтр Винера, медианная фильтрация, выравнивание, усреднение по строкам, боковая подсветка.
7. Проведите анализ шероховатости поверхности с помощью функции **Математика** → **Анализ шероховатости**. Приведите основные параметры анализируемой поверхности, воспользовавшись рекомендациями, приведенными в п. 3.1.6.
8. Проанализируйте изображение при помощи инструмента «Преобразование Фурье» и измерьте параметры решетки графита на примере файла Graphite.001 (изображение атомарной структуры графита). Рекомендации по обработке даны в п. 3.1.6.
9. Проведите коррекцию изображения при помощи инструмента «Исправление искажений».

4.3. Образец отчета

Отчет включает следующие данные о выполненной лабораторной работе:

- цели и задачи;
- краткую теоретическую часть (ответы на контрольные вопросы);

- экспериментальные результаты и их анализ:
 - а) исходные данные — СЗМ-изображение и краткое описание исследуемого объекта;
 - б) результаты обработки СЗМ-изображения;
 - в) результаты анализа шероховатости объекта и их обсуждение;
 - г) СЗМ-изображение, полученное после обработки с применением необходимых методов анализа;
 - д) изображение фурье-образа и параметры атомной решетки графита;
 - е) сравнение методик обработки СЗМ-изображений;
- выводы о проделанной работе.

Вопросы для самопроверки

1. Какие существуют методы исследования объектов?
2. Что такое сканирующая зондовая микроскопия? Какой принцип лежит в ее основе?
3. Что такое пьезоэлектрический эффект и как он применяется в СЗМ?
4. Опишите общую конструкцию прибора «ФемтоСкан».
5. Нарисуйте структурную схему и перечислите основные узлы микроскопа «ФемтоСкан», назовите их назначение.
6. Объясните принцип сканирования и работы системы обратной связи. Расскажите о критериях выбора параметров сканирования.
7. Перечислите источники побочной информации, искажающей данные о морфологии и свойствах наноструктур, получаемые методом атомно-силовой микроскопии.

5. Исследование поверхности твердых тел методом контактной атомно-силовой микроскопии

В рамках данной работы должны быть подробно рассмотрены вопросы, связанные с устройством и принципом работы СЗМ в контактном режиме АСМ: устройство оптического силового сенсора, режимы постоянной высоты и постоянной силы, назначение и принципы работы обратной связи, реализация атомарного пространственного разрешения, ограничения и недостатки методики.

Экспериментальная часть работы включает в себя апробирование измерительных методик СЗМ в контактном режиме АСМ и проведение исследований различных механических свойств материалов с нанометровым пространственным разрешением.

5.1. Цели и задачи работы

Целью работы является изучение конструкции и принципов работы прибора «ФемтоСкан» в контактном режиме колебаний кантилевера.

Задачи данной работы — освоение измерительных методик АСМ и получение первого СЗМ-изображения.

5.2. Ход работы

Приобретение начальных навыков по настройке цепи обратной связи.

При работе необходимо следовать нижеприведенному алгоритму. Установку кантилевера в держатель проводить только при возникновении необходимости и под присмотром преподавателя.

Примечание: в дальнейшем, когда будет говориться о меню кнопки , помните, что оно равносильно меню СЗМ → Старт.

Включение микроскопа

! АСМ-головка снабжена лазером. Попадание лазерного луча или его отражения в глаза может привести к потере зрения. Соблюдайте особую осторожность при работе с образцами с хорошо отражающей поверхностью!

Перед включением микроскопа проверьте, подключена ли АСМ-головка к микроскопу, как показано на рис. 5.1. Включите компьютер, затем блок электроники, при этом должен заработать лазер. Запустите программу «ФемтоСкан Онлайн», подключитесь в режиме *Мастер* (СЗМ → Подключиться Мастером). Из меню *старт* (СЗМ → Старт) выберите пункт **Загрузка**. В окне **Параметры** выберите на левой панели режим сканирования АСМ.



Рис. 5.1. Подключение АСМ-головки

Подготовка образца

При подготовке образца необходимо обеспечить его размер по длине и ширине не более 12 мм, по толщине 4 мм, по высоте шероховатость поверхности должна быть менее чем перепад в 1 мкм по вертикали на 1 мкм длины поверхности (45°), а также подобрать магнитный столбик под образец такого размера, чтобы не были превышены пределы возможного механического перемещения сканера при подводе зонда к образцу. Максимальная высота выдвинутого сканера составляет не более 5 мм.

Установка кантилевера в держатель

- ! При работе с кантилеверами нужно соблюдать особую осторожность, так как консоли могут быть легко отломлены
- от пластины кантилевера!

Выбор типа зонда зависит от многих факторов. На воздухе и в жидкости традиционно используются кантилеверы с механической жесткостью от 0,01 до 100 Н/м. Обычно кремниевые иголки более острые, но легче ломаются и загрязняются при сканировании. Иголки из нитрида кремния Si_3N_4 более устойчивы к адсорбции загрязнений. Технические характеристики кремниевых кантилеверов приведены в прил. 1.

Перед началом процесса установки кантилевера необходимо обеспечить удобное посадочное место, очистить рабочее пространство от лишних предметов, изучить конструкцию держателя и провести тренировку на непригодном кантилевере.

Замена кантилевера осуществляется следующим образом. С помощью рычага, расположенного на боковой стороне держателя, поднимите прижимную пластину (рис. 5.2). Возьмите пинцетом кантилевер за длинные стороны. Не отпуская пинцетом кантилевер, расположите его под прижимной пластиной таким образом, чтобы торец кантилевера располагался посередине отверстия в пластине держателя. Затем следует плавно опустить рычаг, отпустить пинцетом кантилевер и проверить, чтобы он был надежно закреплен в держателе. Снятие кантилевера происходит в обратной последовательности.



Рис. 5.2. Установка кантилевера в держатель

Установка держателя в головку

Держатель с установленным кантилевером надо, держа за ручку, установить на дно головки. При этом необходимо, чтобы магнитные шарики на дне головки попали в соответствующие пазы на держателе. После того как держатель примагнитился, надо убедиться, подвигав его за ручку, что он находится в устойчивом положении.

Настройка лазера

1. Для смещения лазерного луча вдоль и поперек торца кантилевера, содержащего консоли, используйте винты перемещения лазерного луча (рис. 5.3).
2. Наведите лазерный луч на пластину кантилевера, при этом вы должны увидеть тень от пластины (рис. 5.4, а). Переместите луч на край пластины, содержащий консоль.
3. Ведите лазерный луч вдоль края пластины, при его попадании на консоль возникнут характерные дифракционные полосы (рис. 5.4, б).
4. Лазерный луч, отражаясь от консоли, попадает на зеркало, а затем на стенку АСМ-головки, содержащую фотодиод.

Поворачивая зеркало, с помощью рычага (рис. 5.3) переместите отражение лазерного луча по вертикали таким образом, чтобы было удобно визуально контролировать форму отраженного пятна.

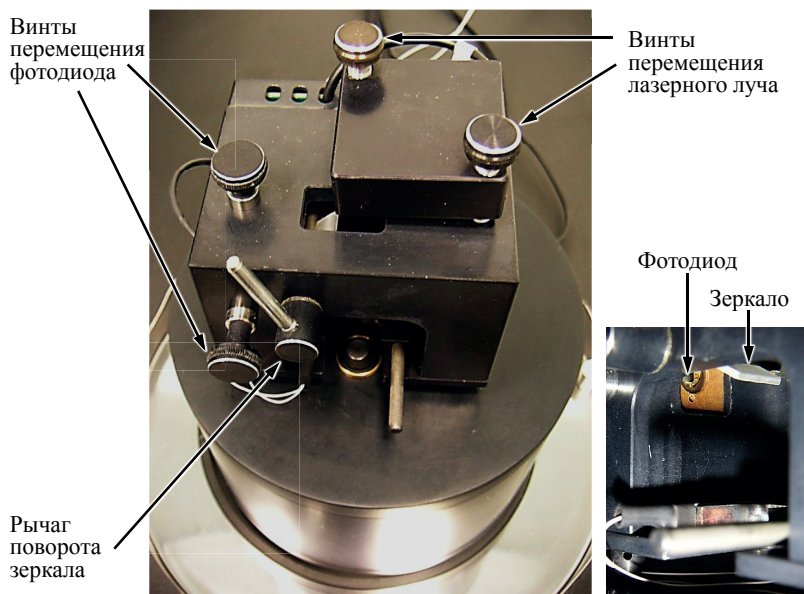


Рис. 5.3. Расположение элементов на АСМ-головке

5. Настройте лазерный луч на кончик консоли. Для этого перемещайте луч вдоль консоли в направлении от пластины кантилевера; когда вы достигнете конца консоли, отражение лазерного луча пропадет. Сдвиньте луч немного назад. Теперь добейтесь наиболее симметричной дифракционной картины, смещая луч лазера в направлении, перпендикулярном консоли (контролируйте форму пятна по отражению на стенке АСМ-головки).

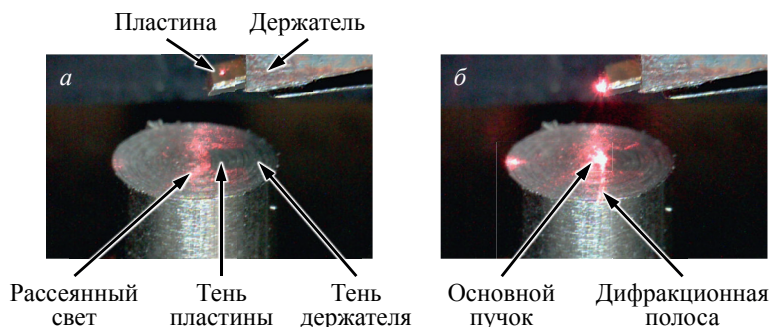


Рис. 5.4. Процесс настройки лазера на балку кантилевера

6. В программе «ФемтоСкан Онлайн» запустите фотодиод (из меню **Старт** → **Фотодиод**). В окне фотодиода красный кружок показывает положение пятна лазерного луча на фотодиоде. Интенсивность лазерного луча, падающего на фотодиод, отображается в окне справа (рис. 5.5).

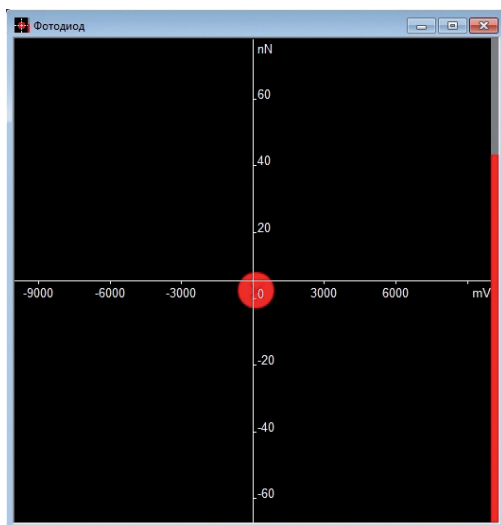


Рис. 5.5. Вид окна фотодиода

7. С помощью рычага поворачивайте зеркало таким образом, чтобы отраженный луч поднимался по стенке АСМ-головки и попадал на фотодиод. При этом в программе «Фемто-Скан Онлайн» в окне фотодиода должен наблюдаться рост интенсивности. Рычаг следует поворачивать до тех пор, пока интенсивность излучения не достигнет максимума, а красное пятно не окажется в центре окна фотодиода по вертикали.
8. Добейтесь того, чтобы красное пятно располагалось в центре окна фотодиода, одинаково освещая все четыре сегмента фотодиода. Для смещения пятна вправо вращайте винт перемещения фотодиода по горизонтали по часовой стрелке. Для смещения пятна влево вращайте винт против часовой стрелки.
9. Рекомендуемая интенсивность излучения соответствует высоте столбика в половину или в три четверти от высоты окна фотодиода. Если интенсивность оказалась меньше, то сместите лазерный луч к центру консоли кантилевера. Если интенсивность оказалась больше, то сместите луч ближе к концу консоли (используйте винт перемещения лазерного луча).
10. С помощью винта перемещения фотодиода по вертикали в окне фотодиода опустите красное пятно немного ниже центра. При подводе кантилевера к поверхности пятно в окне фотодиода сместится вверх (к центру фотодиода).

Установка образца на сканирующий столик

- ! В процессе подготовки и установки образца не касайтесь его поверхности руками, это может привести к загрязнению
- и повреждению поверхности!

Подберите столик для образца таким образом, чтобы величина зазора между кантилевером и магнитным держателем механического блока приблизительно равнялась сумме высот образца и столика.

Приклейте образец к столику с помощью двустороннего скотча или клея. Следите, чтобы наклон поверхности образца к поверхности столика был минимальным. Столик с образцом разместите на магнитном держателе механического блока. В держателе образца используется магнитный прижим, поэтому такие шайбы позволяют легко и быстро осуществлять замену образца.

Установка смещения нуля

Пока образец находится в отведенном состоянии, нужно выставить ноль сигнала ошибки обратной связи (*Deflection*). Это делается выполнением команды **СЗМ** → **Старт** → **Установка смещения**. Установка смещения нуля особенно важна в режиме АСМ — правильное значение позволит в дальнейшем, после калибровки чувствительности по кривой подвода-отвода $F(Z)$, задавать правильную силу взаимодействия кантилевера с образцом. В других режимах установка смещения также повысит точность задания опорного значения обратной связи.

Подвод образца

1. Приподнимите головку и попробуйте поставить ее над образцом так, чтобы зонд кантилевера не коснулся поверхности образца. Если это не получается сделать, то нужно отвести образец вниз (используйте кнопку перемещение образца в программе «ФемтоСкан» (**Переместить образец вниз**)). В появившемся окне нажатием кнопки наберите необходимую длину перемещения и выберите направление движения образца (рис. 5.6).

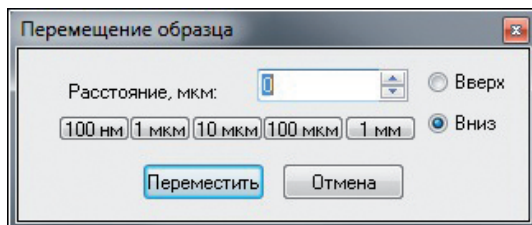


Рис. 5.6. Меню быстрого подвода и отвода образца

2. Сдвигая головку, выберите место для сканирования (наиболее чистый и гладкий участок поверхности).
 3. Осуществите грубый подвод иглы с помощью кнопки перемещения образца (**Переместить образец вверх**), расстояние между иглой и образцом контролируйте визуально. После окончания грубого подвода должен оставаться видимый зазор между иглой кантилевера и образцом.
 4. В окне **Параметры** выберите на левой панели режим сканирования **АСМ**, на правой панели на закладке **Поверхность** режим **Топография**.
 5. Для выбора опорного значения силы откройте окно фотодиода. Центр красного кружка соответствует текущему значению силы (на рис. 5.5 текущее значение силы 7 нН). Выберите значение силы при подводе:
 - а) оно должно быть больше текущего значения силы;
 - б) значение силы должно быть выбрано из верхней полуплоскости фотодиода, немного выше центра.
- Для случая, показанного на рис. 5.5, в поле **Сила** на закладке **Параметры** следует установить 5 нН.
6. Установите значения звеньев обратной связи равными 1.
 7. Осуществите окончательный подвод образца (в меню **Старт**



опция **Подвод**). Индикатор текущего положения образца (бегунок в центре окна **Параметры**) должен приподняться, когда образец приблизится к зонду кантилевера.

Модуляция Z

В режиме модуляции Z на Z -координату подается с некоторой амплитудой и частотой один из выбранных профилей: импульсы, треугольный, синусоида или пользовательский. Амплитуда сигнала при этом масштабируется от 0 до заданного значения *Амплитуда*. В окне сканирования при этом красным цветом показывается профиль идеального отклика (если выбран тип данных *Высота*), а зеленым — реальный профиль, который обрабатывает обратная связь.

Данный режим удобно использовать для подбора оптимальных параметров обратной связи. Для этого из правой половины окна **Параметры** выбрать вкладку **Модуляция Z**. В этой вкладке выбрать форму сигнала **Импульс** и амплитуду подаваемого сигнала установить 1 нм, в отображаемых каналах выбрать сигналы **Высота** и **Отклонение**, и затем запустить режим **СЗМ → Старт → Модуляция Z**.

В окне **Параметры**, в левой половине, выставить значения коэффициентов обратной связи **Интегральное звено** и **Пропорциональное звено** равными 1, скорость установить вблизи 1 Гц. Убедиться, что микроскоп достаточно точно повторяет заданный сигнал.

Коэффициенты звеньев цепи обратной связи могут быть подобраны эмпирически при помощи визуального контроля совпадения красной и зеленой кривой. Подберите значения коэффициентов звеньев обратной связи двумя способами: эмпирически и по алгоритму Зиглера — Никольса для всех типов сигналов для разных амплитуд (1–100 нм) и скоростей сканирования (0,4–7 Гц). Постройте графики зависимости значений интегрального и пропорционального звена от амплитуды сигнала скорости сканирования.

Снятие зависимостей силы от расстояния между поверхностью и иглой

Перед тем как выполнять сканирование в контактном режиме, рекомендуется снять силовую кривую, чтобы оценить диапазон сил взаимодействия между кантилевером и образцом, и выбрать, какая по величине контактная сила будет поддерживаться в процессе сканирования. Для того чтобы воздействие кантилевера на образец было минимальным, рекомендуется выбирать силу взаимодействия вблизи нуля.

1. В закладке $F(z)$ окна **Параметры** в поле **Старт** установите начальное значение высоты, в поле **Размер** — величину интервала в нанометрах.

2. Задайте координаты точки (поля $X0$ и $Y0$) и измерьте в ней силовую кривую (меню **Старт**, команда $F(z)$). Координаты точки можно указать прямо на изображении поверхности в окне $Z(X, Y)$

с помощью команды $F(z)$. Характерный вид зависимости $F(z)$ показан на рис. 5.7. Из-за возможного дрейфа вид кривой может измениться при повторном снятии зависимости в той же точке.

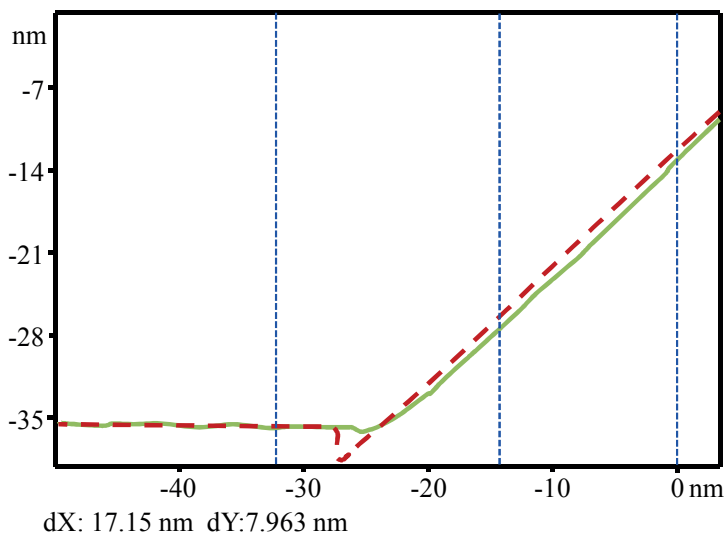


Рис. 5.7. Пример силовой кривой

Сканирование поверхности

Для начала сканирования необходимо в окне параметров выбрать масштаб интересующей области и запустить сканирование, выбрав в меню пункт $Z(X, Y)$. По первому каналу изображения надо выбрать высоту для получения информации о топографии поверхности, а по второму — трение для получения изображения распределения латеральных сил. Размер первого кадра лучше выбрать максимальным, а частоту сканирования — 2.4 Гц.

Сканирование лучше начинать в режиме постоянной силы. Если для полученного изображения перепады высот рельефа окажутся меньше 1 нм, то перейдите к сканированию в режиме постоянного отклонения. Для оценки шероховатости поверхности

в программе «ФемтоСкан Онлайн» используйте команду **Математика** → **Анализ шероховатости**.

Обычно одного зонда хватает на несколько исследований, далее он теряет свою остроту в основном за счет налипания на него материала со сканируемой поверхности. Также долговечность зонда зависит от вида исследуемой поверхности. При шероховатых поверхностях и поверхностях, содержащих плохо прикрепленные объекты, зонд портится быстрее.

Определение температурного дрейфа микроскопа

При сканировании неизбежно происходит локальный нагрев образца за счет работы прибора. Разные части микроскопа имеют разный коэффициент температурного расширения, вследствие этого можно наблюдать так называемый температурный дрейф: при повторном сканировании одного участка происходит смещение образца. Этот эффект практически незаметен при сканировании участков большой площади (больше 100 мкм^2), но существенен на малых полях сканирования.

Выберите небольшой участок поверхности (до 1 мкм), содержащий ступень, ориентированную по возможности перпендикулярно быстрой (горизонтальной) оси сканирования. Запустите сканирование поверхности и с правой стороны окна **Параметры** на вкладке **Поверхность** поставьте галочку в поле *Отключить вертикальную развертку*. При этом микроскоп будет последовательно сканировать одну и ту же строку на поверхности, содержащую ступень. Снимите кадр. При отсутствии дрейфа ступень будет прорисовываться строго вертикально, в присутствии дрейфа ступень будет прорисовываться под углом к вертикальной оси. По отклонению ступени от вертикали определите величину дрейфа микроскопа с учетом скорости сканирования вдоль кадра.

Обработка полученных изображений

После получения изображения необходимо сохранить результаты сканирования на локальный диск, выбрав команду **Сохранить как...** и указав путь.

После завершения сканирования необходимо отвести кантилевер от поверхности образца на 100 мкм (**СЗМ → Переместить образец вниз**).

Для обработки полученного изображения понадобятся следующие функции обработки изображений: *Вычитание поверхностей среднего наклона, Подстройка шкалы под интересующую область, Подсветка*. Более подробно об этих и других функциях обработки изображений написано в руководстве пользователя пакетом программного обеспечения «ФемтоСкан Онлайн» и в п. 3.1.6 и гл. 4 настоящего учебного пособия.

Постройте трехмерный вид, выбрав команду **Операции → Построить 3D** или нажав соответствующую кнопку на панели инструментов. Подберите цветовую шкалу, угол поворота вокруг вертикальной и горизонтальной оси, масштаб по оси *Z*, положение источника света для наиболее красивого представления результатов.

5.3. Образец отчета

Отчет включает следующие данные о выполненной лабораторной работе:

- цели и задачи;
- краткую теоретическую часть (ответы на контрольные вопросы);
- эксперимент и результаты –
 - а) настройку микроскопа «ФемтоСкан» в контактном режиме АСМ (кратко, 5–10 предложений);
 - б) краткое описание исследуемого объекта, изображение окна с начальными параметрами сканирования;
 - в) изображение условий сканирования, 2D-изображения поверхности (топография и распределение латеральных сил), график зависимости силы от расстояния между поверхностью и иглой;
 - г) 3D-изображение поверхности;

д) вычисленные значения шероховатости поверхности (см. гл. 4);

- выводы о проделанной работе.

Вопросы для самопроверки

1. Опишите основные принципы контактных методик СЗМ.
2. Опишите конфигурацию прибора «ФемтоСкан» в режиме АСМ.
3. Объясните принцип действия системы обратной связи и смысл параметров пропорционального и интегрального звеньев. Какое явление используется в процессе настройки звеньев цепи обратной связи по методу Зиглера — Никольса?
4. Расскажите о критериях выбора параметров сканирования.
5. Назовите основные АСМ-моды, их назначение и принципы работы СЗМ в них.
6. Какая особенность кристаллической структуры графита широко используется в зондовой микроскопии?

6. Исследование поверхности твердых тел методом резонансной атомно-силовой микроскопии

В настоящей работе рассмотрены физические основы метода резонансной атомно-силовой микроскопии (РАСМ), его преимущества и недостатки по сравнению с другими методиками СЗМ, а также представлены методические указания по настройке зондового микроскопа «ФемтоСкан» в режиме РАСМ и получению изображений. В результате выполнения лабораторной работы осваиваются навыки по настройке оптической системы микроскопа «ФемтоСкан», навыки использования прикладного ПО и настройке параметров системы при получении изображения, а также закрепляются знания и умения цифровой обработки изображений СЗМ.

6.1. Цели и задачи работы

Цель и задачи настоящей работы следующие.

1. Изучение теоретических основ колебательных методик СЗМ: бесконтактный и полуконтактный режимы работы.
2. Получение навыков конфигурирования микроскопа «ФемтоСкан» для проведения измерений в резонансных режимах.
3. Изучение принципов настройки параметров микроскопа в режиме РАСМ и получение изображений СЗМ.

6.2. Ход работы

Включение микроскопа

Включите компьютер, затем блок электроники, при этом должен заработать лазер. Запустите программу «ФемтоСкан Онлайн», подключитесь в режиме *Master* (СЗМ → Подключиться Масте-

ром). В окне **Параметры** выберите на левой панели режим сканирования **РАСМ**.

Подготовка образца и установка кантилевера в держатель выполняются в соответствии с п. 5.2.

Подсоединение кабеля возбуждающего напряжения

Кабель для подключения держателя кантилевера в режиме РАСМ представлен на рис. 6.1.

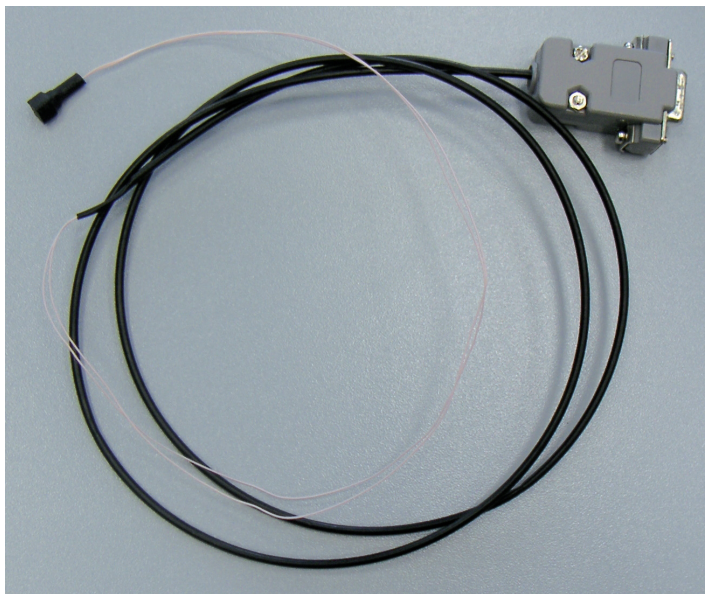


Рис. 6.1. Внешний вид кабеля для режима РАСМ

Кабель имеет два разъема. Оба разъема подсоединяются в единственном положении без особых усилий. Первый 9-контактный разъем (розетка) подсоединяется к блоку электроники в соответствующее гнездо (вилка), обычно он уже подсоединен. Второй разъем, 8-контактный, подсоединяется к держателю кантилевера в соответствующем положении (рис. 6.2).

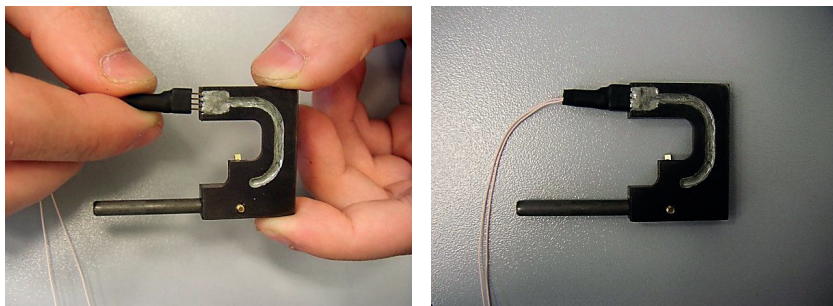


Рис. 6.2. Подключение кабеля к держателю кантилевера в режиме РАСМ

Установка держателя в головку, настройка лазера и установка образца на сканирующий столик осуществляется в соответствии с п. 5.2.

Установка головки над образцом

После установки образца надо на глаз оценить возможность установки головки над образцом так, чтобы зонд не касался поверхности. Для этого подвинуть зонд как можно ближе к образцу по горизонтали. Далее, если есть уверенность, что при вертикальном опускании головки над образцом так, что зонд оказывается над интересующей областью, не произойдет неконтролируемое касание поверхности, то можно смело устанавливать головку, желательно контролируя процесс с помощью оптического микроскопа. Если есть подозрение, что зонд будет касаться поверхности, то надо опустить образец вниз на безопасное расстояние с помощью кнопки быстрого перемещения образца, иначе касание поверхности может привести к повреждению зонда.

После установки головки над образцом надо проверить состояние отраженного сигнала в окне фотодиода. Оно не должно измениться, возможно только небольшое перемещение зайчика вследствие появления дополнительных отражений от образца.

Начальные установки управляющих параметров

Перед сканированием для ускорения работы можно провести предварительное первичное сближение зонда с поверхностью, контролируя расстояние на глаз или с помощью оптического микроскопа. Безопасное расстояние между иглой и образцом составляет 100 мкм. При нем можно спокойно снимать и устанавливать головку над образцом, а также перемещать головку вдоль поверхности образца, вручную меняя область сканирования.

После первичного сближения до расстояния порядка 100 мкм можно запускать автоматический подвод. Для этого необходимо установить параметры микроскопа в начальные средние состояния и проверить следующее:

- в окне фотодиода установить зайчик точно на середине по вертикали;
- если неизвестно заранее значение амплитуды резонанса, при которой необходимо проводить измерение поверхности данного образца, то рекомендуемое начальное значение составляет 2000 мВ;
- параметры обратной связи и значение фильтра установить равными 1;
- установить значение амплитуды модуляции более 100 мВ.

Настройка на резонанс кантилевера

Для поиска механического резонанса кантилевера необходимо выполнить следующие действия. В правой половине окна параметров выбрать закладку **Поиск резонанса**.

При автоматическом режиме поиска необходимо в соответствующих полях выставить начальную точку и диапазон сканирования по частоте (обычно хватает диапазона в 200 кГц с центром в районе резонансной частоты; рекомендуемый диапазон 1–500 кГц обычно перекрывает все резонансные частоты стандартных кантилеверов), скорость сканирования частоты (рекомендуется 1 Гц), амплитуду возбуждающего напряжения (обычно подходит любая амплитуда больше 100 мВ), можно оставить значения по умолчанию. После

окончания процедуры поиска рекомендуется проверить правильность значения получившейся амплитуды, например, запустив осциллограф в режиме отображения сигнала отклонения.

При ручной настройке на резонанс необходимо также задать область сканирования по частоте. Рекомендуется задать диапазон 1–500 кГц и запустить команду поиска. В появившемся окне выбрать область резонансного пика, соответствующего искомым колебаниям зонда (обычно тот, что находится вблизи резонансной частоты, заявленной производителем). Для этого необходимо установить курсор на левый склон резонансного пика, нажать левую кнопку мыши и, не отпуская ее, перевести курсор на правый склон, затем ее отпустить. На рис. 6.3 приведены примеры последовательного выделения резонансного пика при ручной настройке на резонанс.

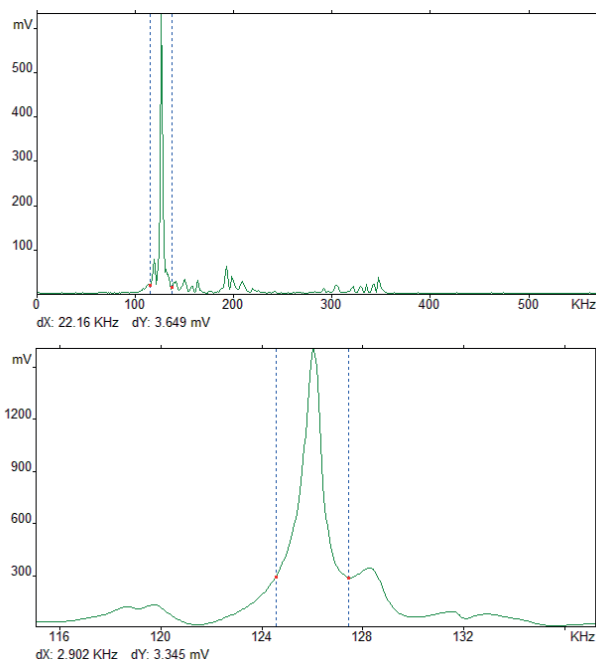




Рис. 6.3. Окна программы при поиске резонанса колебаний кантилевера

Таким образом, резонансный пик окажется между двух указателей. Затем нажать кнопку  на панели инструментов управления микроскопом. По этой команде диапазон сканирования частот изменяется на выбранный, и амплитуда модуляции изменяется так, что максимум значения амплитуды внутри выбранной области совпадает с заданным значением амплитуды резонанса. Частота модуляции при этом изменяется на значение, соответствующее максимуму амплитуды сигнала отклонения в выбранной области. Далее опять нужно выбрать область максимума и нажать . Приближать необходимо до тех пор, пока амплитуда сигнала отклонения не совпадет с заданной амплитудой резонанса. После этого следует выбрать необходимое значение уставки (отношения амплитуды свободных колебаний к амплитуде колебаний в контакте с поверхностью) и начать подвод к поверхности.

Подвод к поверхности

До начала подвода убедитесь, что микроскоп показывает отсутствие контакта с поверхностью. В противном случае проведите отвод от поверхности. Если контакт сохраняется, проверьте правильность показаний с помощью оптического микроскопа — возможно, следует изменить амплитуду резонанса.

После установки всех параметров в начальные значения можно запустить подвод к поверхности, выбрав пункт в меню **Подвод**. Обычно рекомендуется начинать подвод со значения уставки 0,9. Когда процесс подвода остановился и индикатор показывает, что зонд находится в контакте с поверхностью, необходимо уменьшить уставку на 0,1 и убедиться, что зонд остался в контакте с поверхностью. Если этого не происходит, то значит, что вместо взаимодействия с поверхностью произошло падение амплитуды при приближении к поверхности вследствие взаимодействия зонда с поверхностью за счет электростатических и сил Ван-дер-Ваальса. В этом случае необходимо повторно запустить процесс подвода к поверхности уже с уменьшенной уставкой (0,8) и продолжать

эту процедуру, пока при уменьшении уставки микроскоп не будет оставаться в контакте с поверхностью. Однако не рекомендуется уменьшать уставку ниже 0,2–0,3. В этом случае лучше отвести зонд от поверхности на 20 мкм и заново настроить резонанс кантилевера на большую амплитуду колебаний. Затем снова выполнить подвод зонда к поверхности по той же методике.

Измерение зависимости амплитуды колебаний от расстояния

После окончания процедуры подвода индикатор *Z* показывает состояние пьезокерамической трубки манипулятора по вертикали (верхнее положение — столик максимально выдвинут, нижнее — максимально опущен). После подвода он отойдет от края диапазона где-то наполовину или на треть.

Необходимо проконтролировать успешность подвода: запустив окно фотодиода, убедиться, что интенсивность не уменьшилась, и снять зависимость амплитуды колебаний от расстояния — определить характер движения зонда при перемещениях образца по вертикали. Для этого в управляющем окне параметров следует переключиться с закладки *Поверхность* на закладку **Кривые**. Здесь выставить точку измерения (0;0), если выполнялась процедура позиционирования сканера в центр окна сканирования.

Выбрать измеряемые каналы **Отклонение** и **Фаза**. В качестве начальной точки, с которой начинает движение образец, выбрать, например, +100 или –100 нм и тогда, в зависимости от желаемой ориентации получающейся кривой, выбрать диапазон, измеряемый по оси *Z*, соответственно –200 или +200 нм или более.

Получающаяся кривая обязательно должна содержать резко спадающий линейный участок. Это соответствует тому, что при перемещении к поверхности зонд начинает стучать по поверхности и амплитуда колебаний уменьшается, то есть кантилевер приводится в механический контакт с поверхностью при каждом колебании. Возможен также участок близкий к горизонтальному, соответствующий свободным колебаниям зонда над поверхностью.

На рис. 6.4 приведены примеры характерных кривых. Если характерный вид зависимости не наблюдается, то надо попробовать отвести зонд от поверхности (не менее чем на 20 мкм), повторить процедуру настройки на резонанс и заново выполнить процедуру подвода зонда к поверхности. Можно переместить зонд в другую точку поверхности, изменить место сканирования.

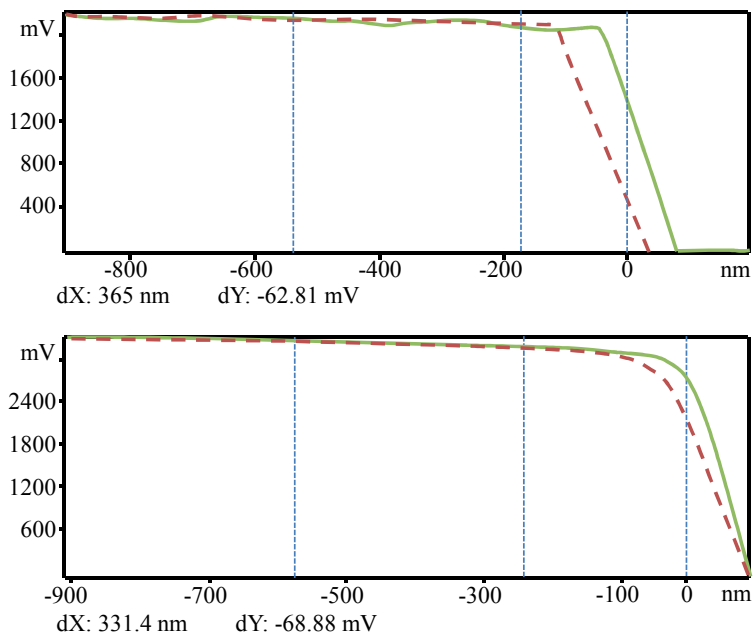


Рис. 6.4. Характерный вид кривых зависимости амплитуды колебаний от расстояния зонд — образец

Выбор рабочей точки

По кривым зависимостей амплитуды от расстояния надо выбрать то значение силы воздействия на образец, при котором планируется производить сканирование поверхности, и изменить соответствующие значения в окне параметров.

Для того чтобы установка соответствовала реальному отношению амплитуды свободных колебаний к амплитуде колебаний в контакте с поверхностью, необходимо заменить изначальное значение амплитуды резонанса на значение, реально получившееся после подвода к поверхности. Этому соответствует значение перед началом резкого спада (рис. 6.5).

Значение установки так изменяется автоматически, что текущая амплитуда колебаний останется неизменной. Если при сканировании нет необходимости в задании определенного отношения амплитуды свободных колебаний к амплитуде колебаний в контакте с поверхностью, то изменение амплитуды резонанса можно не проводить.

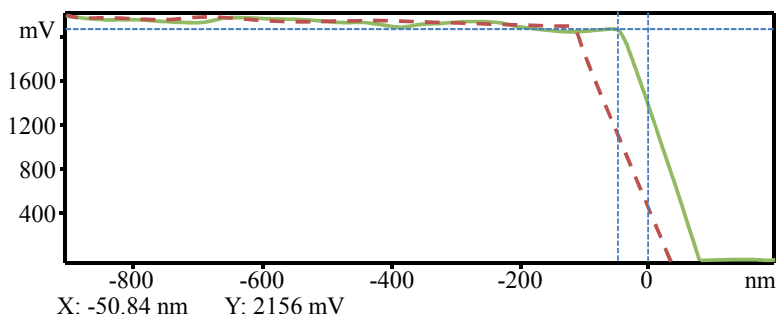


Рис. 6.5. Выбор рабочей точки сканирования

Настройка параметров обратной связи

Произвести поочередную настройку интегрального и пропорционального звеньев, устанавливая одно из звеньев в 0,5 и варьируя второе до появления генерации 0,5–10 с шагом 0,5. Зафиксировать значения, при которых возникает генерация.

Подобрать пару значений интегрального и пропорционального звеньев, при которых оптимально отслеживается тестовый профиль, полученный по данным осциллографа по отработке ступени. В отчете привести обоснование выбора оптимальных значений.

Произвести настройку обратной связи по методу Зиглера — Никкольса и сравнить с полученными ранее результатами. Алгоритм настройки обратной связи по методу Зиглера — Никкольса:

- выставить минимальное значение интегрального звена;
- постепенно увеличивая значение пропорционального звена, перевести микроскоп в режим автоколебаний и запомнить значение P , соответствующее началу области автоколебаний микроскопа;
- выставить значение пропорционального звена равное 0,45;
- постепенно увеличивать значение интегрального звена до тех пор, пока микроскоп не будет максимально точно обрабатывать заданный сигнал (совпадение красной и зеленой линий), но не переводя микроскоп в режим автоколебаний.

Сканирование поверхности

Для начала сканирования необходимо в окне параметров выбрать масштаб интересующей области и запустить сканирование, выбрав в меню пункт $Z(X, Y)$. По первому каналу изображения надо выбрать высоту для получения информации о топографии поверхности, по второму каналу — фазу для отображения дополнительной информации о поверхности, поскольку фазовое изображение часто остается четким при потере контрастности топографического изображения вследствие увеличения скорости сканирования, касания или потери контакта с поверхностью.

Сканирование лучше начинать с области 1×1 мкм во избежание касания зондом поверхности. Изменяя значения звеньев обратной связи, необходимо добиться четкого изображения. Приведите в отчете изображения сканов, полученных при размерах области 1×1 , 2×2 , 5×5 и 10×10 мкм, и соответствующие гистограммы.

Обычно одного зонда хватает на несколько исследований, далее он теряет свою остроту в основном за счет налипания на него материала со сканируемой поверхности. Также долговечность зонда зависит от вида исследуемой поверхности. При шероховатых по-

верхностях и поверхностях, содержащих плохо прикрепленные объекты, зонд портится быстрее.

Обработка полученных изображений

После получения изображения необходимо сохранить результаты сканирования на локальный диск, выбрав команду **Сохранить как...** и указав путь.

После завершения сканирования необходимо отвести кантилевер от поверхности образца на 100 мкм (**СЗМ → Переместить образец вниз**).

Для обработки полученного изображения понадобятся следующие функции обработки изображений: *Вычитание поверхностей среднего наклона*, *Подстройка шкалы под интересующую область*, *Подсветка*. Более подробно об этих и других функциях обработки изображений написано в руководстве пользователя программного обеспечения «ФемтоСкан Онлайн», п. 3.1.6 и гл. 4 настоящего учебного пособия.

Постройте трехмерный вид, выбрав команду **Операции → Построить 3D** или нажав соответствующую кнопку на панели инструментов. Подберите цветовую шкалу, угол поворота вокруг вертикальной и горизонтальной оси, масштаб по оси Z, положение источника света для наиболее красивого представления результатов.

6.3. Образец отчета

Отчет включает следующие данные о выполненной лабораторной работе:

- цели и задачи;
- краткую теоретическую часть (ответы на контрольные вопросы);
- эксперимент и результаты —
 - а) настройку микроскопа «ФемтоСкан» в режиме РАСМ (кратко, 5–10 предложений);
 - б) краткое описание исследуемого объекта и изображение окна с начальными параметрами сканирования;

- в) изображение окон при поиске резонанса кантилевера;
- г) график зависимости амплитуды колебаний кантилевера от расстояния зонд — образец и выбор рабочей точки;
- д) экспериментальные данные: изображение условий сканирования, 2D-изображения поверхности (топография и фазовый контраст), полученные при областях сканирования 1×1 , 2×2 , 5×5 и 10×10 мкм;
- е) 3D-изображение поверхности;
- ж) вычисленные значения шероховатости поверхности (см. гл. 4);
- выводы о проделанной работе.

Вопросы для самопроверки

1. Опишите основные принципы резонансных методик СЗМ.
2. Опишите конфигурацию прибора «ФемтоСкан» в режиме РАСМ.
3. Опишите особенности подвода зонда к образцу в приборе «ФемтоСкан» в режиме РАСМ. Поясните параметры, определяющие силу взаимодействия зонда с образцом.
4. Объясните принцип сканирования и работы системы обратной связи. Расскажите о критериях выбора параметров сканирования.
5. Для чего необходимо измерять кривую зависимости амплитуды колебаний кантилевера от расстояний зонд — образец?
6. Что такое фазовый контраст? Какие характеристики материала могут быть получены с помощью фазовых изображений?

7. Сканирующая туннельная микроскопия. Измерение основных характеристик проводящих поверхностей

Лабораторная работа выполняется на сканирующем туннельном микроскопе «ФемтоСкан» с использованием программного обеспечения «ФемтоСкан Онлайн». Для успешного выполнения работы необходимо освоить простейшие навыки работы на СТМ и основные методы обработки СТМ-изображений.

В качестве исследуемых объектов для эксперимента используется свежесколотый высокоориентированный пиролиитический графит (ВОПГ).

7.1. Цели и задачи работы

Цели и задачи работы следующие.

1. Изучение основ сканирующей туннельной микроскопии, изучение конструкции и принципов работы микроскопа «ФемтоСкан» в режиме СТМ.
2. Изучение требований, предъявляемых к зондам СТМ, образцам и знакомство с методами их подготовки.
3. Освоение измерительных методик СТМ. Получение топографии поверхности исследуемого образца в режиме постоянного туннельного тока.
4. Работа с морфологическими фильтрами. Определение формы иглы и разрешения изображения.

7.2. Ход работы

Подготовка образца

При подготовке образца необходимо в обязательном порядке следовать общим рекомендациям.

Особое внимание надо уделить чистоте поверхности образца, рациональному расположению в переносной таре, придумыванию оригинального названия образцов, составлению подробного описания приготовленных образцов, удобной и эффективной маркировки образцов.

Для исключения напрасной потери времени перед началом измерений полезно убедиться в том, что подготовленный образец обладает электрической проводимостью. Осуществить проверку можно с помощью простого электрического тестера. Если тестер со шкалой в 20 МОм показывает электрический разрыв, то, скорее всего, не удастся получить изображения с помощью туннельного микроскопа. В этом случае обязательная электрическая проводимость достигается путем напыления тонкого слоя металла на образец, что в значительной мере может приводить к деформации изучаемой поверхности.

В туннельном микроскопе «ФемтоСкан» электрическое напряжение подается на образец через гибкий контакт, припаянный к держателю СТМ-образца.

Держатель СТМ-образца «FS-STM Holder-01» представляет собой трехслойную шайбу диаметром 10 мм. Нижний слой — магнитный металл, средний слой — диэлектрик, верхний слой — металл. К верхнему слою прикладывается электрическое напряжение.

В лабораторной работе используются образцы графита, уже приклеенные на СТМ-столик. Для скола графита используется липкая лента, кусочек которой наклеивается на поверхность образца графита. Затем она аккуратно разглаживается пинцетом для удаления пузырьков воздуха и обеспечения плотного прилегания липкой ленты к поверхности графита. Лента медленно удаляется с поверхности образца за один из свободных краев, при этом пинцетом следует придерживать СТМ-столик. Необходимо убедиться, что вместе с липкой лентой с поверхности графита был

удален верхний слой. Проверьте тестером наличие электрического соединения между свежесколотой поверхностью образца и подвижным контактом СТМ-столика.

Требование к образцу:

- поверхность образца должна быть проводящей;
- рекомендуемые размеры — диаметр до 12 мм, высота до 4 мм.

Установка образца на сканирующий столик

! В процессе подготовки и установки образца не касайтесь его поверхности руками; это может привести к загрязнению и повреждению поверхности.

1. Приклейте образец к СТМ-столику (рис. 7.1):
 - целиком проводящий образец следует приклеить на держатель СТМ-образца проводящим клеем или проводящим двусторонним скотчем. При этом следует соблюдать осторожность, чтобы клей случайно не попал на боковую поверхность держателя и не привел к электрическому замыканию между верхним и нижним слоями держателя;
 - образец с диэлектрическим основанием и верхним проводящим слоем следует прикреплять на диэлектрический клей. Лучше выбирать клей, обеспечивающий достаточно прочную и тонкую склеивающую прослойку. Затем необходимо обеспечить электрический контакт между исследуемой поверхностью образца и верхним слоем держателя СТМ-образца. Для этого капельку проводящего клея можно поместить на край образца так, чтобы часть ее попадала на верхнюю поверхность столика.
2. Проверьте тестером наличие электрического соединения между образцом и подвижным контактом СТМ-столика.

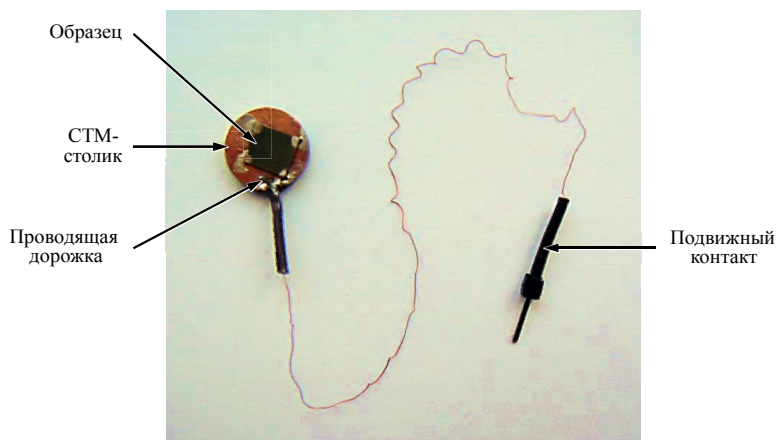


Рис. 7.1. СТМ-столик с образцом

3. Столик с образцом разместите на магнитном держателе механического блока (рис. 7.2).
4. Подсоедините подвижный контакт СТМ-столика к одно-контактному разъему механического блока (рис. 7.2).

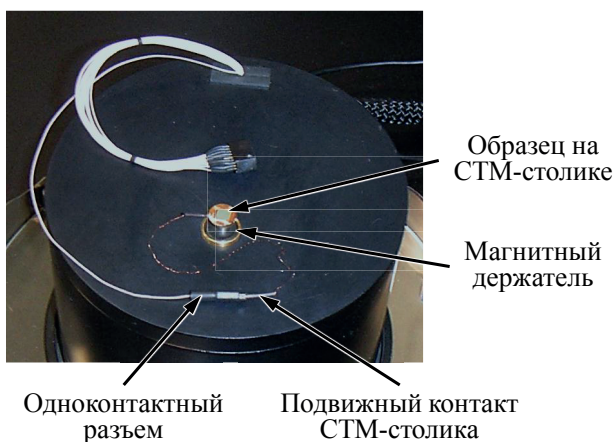


Рис. 7.2. Установка образца на механический блок

Подготовка и установка иглы в СТМ-головку

- ❗ При работе с СТМ-головкой всегда берите ее только за корпус. Не допускайте случайных прикосновений к держателю
 - иглы; это может привести к сгоранию усилителя головки из-за статического электричества.
 - ❗ При замене игл сначала возьмите головку за корпус одной рукой, затем, не отпуская руки от корпуса, другой рукой
 - удалите старую; установите новую иглу.
 - ❗ Подготовленный конец иглы должен постоянно находиться в воздухе. Даже единичное прикосновение кончика к какому-либо предмету может привести к порче иглы.
1. Проверьте, что блок электроники выключен. Отсоедините ранее используемую головку от механического блока.
 2. При помощи пинцета вытащите старую иглу из держателя на СТМ-головке: для этого нужно немного ослабить прижимной винт (рис. 7.3). Помните: одной рукой нужно держаться за корпус головки.



Рис. 7.3. Работа с прижимным винтом

3. Для приготовления игл используйте проволоку $\text{Pt}_{80}\text{Ir}_{20}$. Перед подготовкой иглы убедитесь, что на поверхности проволоки, а также на лезвиях ножниц или кусачек отсутствуют загрязнения. При необходимости удалите загрязнения механически при помощи кусочка бумаги.
4. Срежьте проволоку ножницами или кусачками под углом 45° , оптимальная длина иглы 1–2 см.
5. Вставьте иглу в держатель на СТМ-головке (рис. 7.4), с небольшим усилием прижмите иглу винтом. Помните: одной рукой нужно держаться за корпус головки.

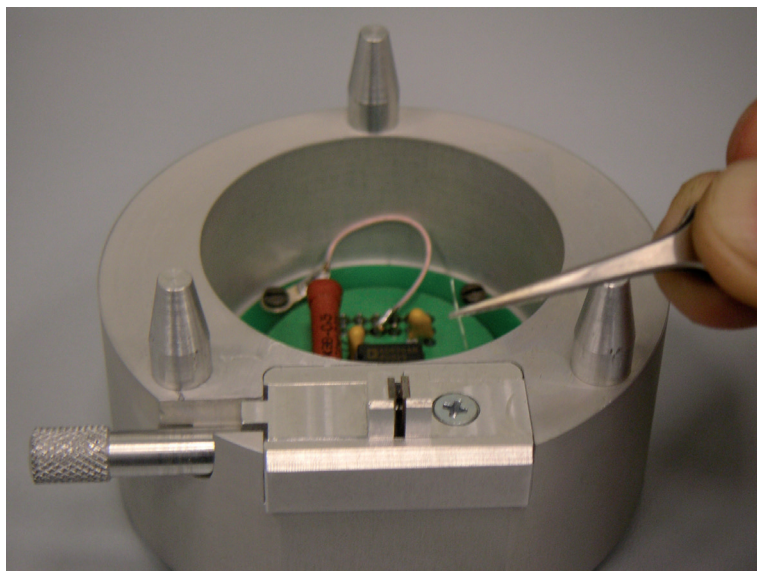


Рис. 7.4. Установка иглы

6. Подсоедините СТМ-головку к блоку механики: точка на разъеме кабеля должна совпадать с точкой на головке (рис. 7.5).

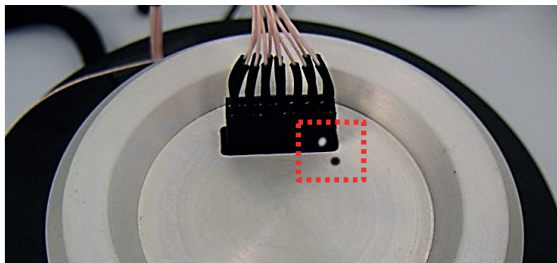


Рис. 7.5. Подключение СТМ-головки к блоку механики

Предварительный подвод иглы к образцу

1. Включите блок электроники.
2. Запустите программу «ФемтоСкан Онлайн» (Femtoscan), подключитесь в режиме **Мастер (СЗМ → Подключиться Мастером)**. Из меню **Старт** выберите пункт **Загрузка**.
3. Приподнимите головку и попробуйте поставить ее над образцом так, чтобы игла не коснулась поверхности образца (рис. 7.6). Если это не получается сделать, то нужно отвести образец вниз (используйте кнопку **Переместить образец вниз** в программе «ФемтоСкан»).

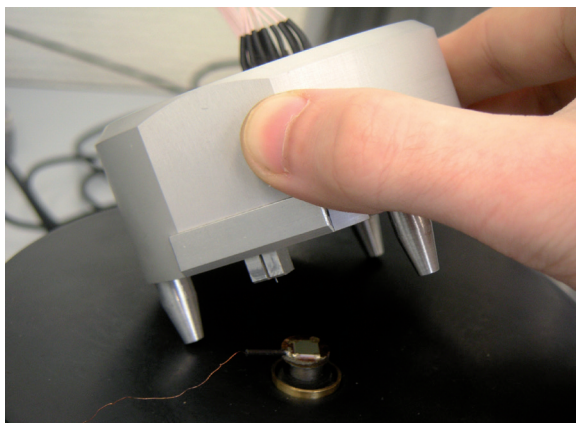


Рис. 7.6. Установка головки над образцом

4. Сдвигая головку, выберите место для сканирования (наиболее чистый и гладкий участок поверхности).
5. Осуществите грубый подвод иглы с помощью кнопки перемещения образца (**Переместить образец вверх**), расстояние между иглой и образцом контролируйте визуально. После окончания грубого подвода должен оставаться видимый зазор между иглой и образцом.
6. Аккуратно накройте микроскоп металлическим колпаком, заземлите колпак (рис. 7.7).



Рис. 7.7. Экранирование микроскопа от внешних помех

7. В окне **Параметры** выберите на левой панели режим сканирования **СТМ**, на правой панели режим **Топография**. Установите параметры съемки, приведенные в табл. 7.1.

Таблица 7.1

Параметры сканирования для некоторых известных материалов

Образец	Туннель- ный ток, пА	Туннельное напряжение, мВ	Интеграль- ное звено	Пропорци- ональное звено
Графит	500	40	0,03125	0,03125
Золото	1000	100	0,078 125	0,078 125
Алюминий	300	2000	2	3

Если вы приготовили уникальный образец и не знаете, какими выбрать параметры измерений — туннельный ток и напряжение, то попробуйте начать с дежурных величин — 1 нА, 50 мВ.

8. Осуществите окончательный подвод образца (в меню **Старт** опция **Подвод**). Индикатор текущего положения образца (бегунок в центре окна **Параметры**) должен приподняться при приближении образца к игле.

Сканирование поверхности

В СТМ игла описывает поверхность постоянной локальной плотности состояний. Только для однородной поверхности СТМ-изображения будут полностью совпадать с топографией.

1. Проверьте правильность установки параметров сканирования (для примера см. табл. 7.1).
2. Размер первого кадра лучше выбрать менее 2 мкм, а частоту сканирования — менее 1 Гц. Запустите сканирование (меню **Старт** → **Z(X, Y)**). Варьируя звенья обратной связи и другие параметры, добейтесь четкого изображения поверхности.

Руководствуйтесь следующими правилами:

- а) при увеличении размера поля следует понижать частоту сканирования для сохранения постоянной скорости;
- б) при увеличении скорости сканирования следует увеличивать значения звеньев обратной связи;

в) при увеличении туннельного напряжения и уменьшении туннельного тока игла отдалается от поверхности, поэтому значения звеньев обратной связи нужно увеличивать;

г) при маленьких звеньях обратной связи изображение будет расплывчатым или профили строк окажутся пилообразными (рис. 7.8, а);

д) при больших звеньях обратной связи будет наблюдаться автогенерация в цепи обратной связи (рис. 7.8, б);

е) сложный профиль иглы (например, двойное острие) может приводить к удвоению элементов рельефа поверхности (рис. 7.8, в). В этом случае нужно остановить сканирование и заменить иглу.

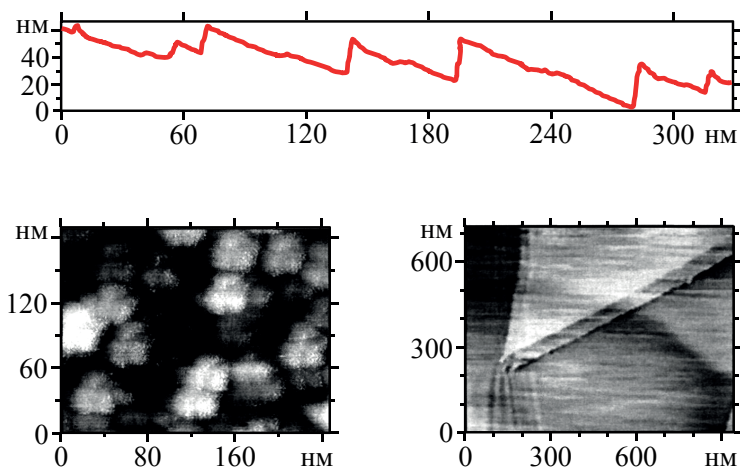


Рис. 7.8. Влияние параметров сканирования на получаемые СТМ-изображения:

- а — профиль сканирования при малых значениях звеньев обратной связи;
- б — автогенерация при больших значениях звеньев обратной связи;
- в — СТМ-изображение, полученное со сложным профилем зонда


Часто первые кадры бывают более зашумленные, чем последующие. Происходит это вследствие очистки поверхности образца и зон-

да при сканировании. Во избежание такой ситуации можно запустить режим сканирования и внимательно посмотреть на последовательно снимаемые кадры. Если происходит уменьшение шумов, то надо не спешить и дождаться изображений высокого качества.

Туннельная спектроскопия

Вольт-амперная характеристика туннельного контакта

! При подаче больших напряжений ($|U| > 2 \text{ В}$) может происходить модификация поверхности и острия иглы.

1. В закладке **Кривые** окна **Параметры** выберите в поле **Канал 1** пункт **Отклонение**, а в поле **Аргумент** — пункт **Тунн. напряжение**.
2. В полях **Канал 2** и **2й Аргумент** выберите пункт **Отключен**.
3. В поле **Старт** установите начальное значение туннельного напряжения, в поле **Размер** — величину интервала в милливольтках.
4. Задайте координаты точки (поля X_0 и Y_0) и снимите в ней кривую (меню **Старт**, команда **Зависимости**). Координаты точки можно указать прямо на изображении поверхности в окне $Z(X, Y)$ с помощью команды  (**Зависимость в**) и в указанной точке будет снята кривая. Из-за возможного дрейфа вид кривой может измениться при повторном снятии зависимости в той же точке.

Зависимость туннельного тока от величины зазора между иглой и образцом

! Неправильно заданный интервал по высоте может привести к удару иглы о поверхность и повреждению острия.

1. В закладке **Кривые** окна **Параметры** выберите в поле **Канал 1** пункт **Отклонение**, а в поле **Аргумент** — пункт **Высота**.
2. В полях **Канал 2** и **2й Аргумент** выберите пункт **Отключен**.
3. В поле **Старт** установите -50 нм (Z на рис. 7.9), в поле **размер** установите 50 нм (ΔZ на рис. 7.9). Если не наблюдается возрастания туннельного тока, то постепенно

(на несколько ангстремов) увеличивайте размер интервала (ΔZ на рис. 7.9).

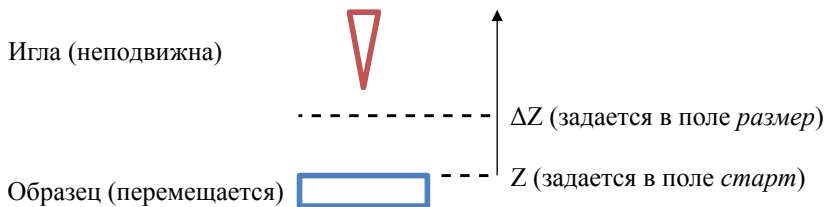



Рис. 7.9. Направление оси Z и положение нуля

4. Задайте координаты точки (поля X_0 и Y_0) и снимите в ней кривую (меню **Старт**, команда **Зависимости**). Координаты точки можно указать прямо на изображении поверхности в окне $Z(X, Y)$ с помощью команды  (**Зависимость в**) и в указанной точке будет снята кривая. Из-за возможного дрейфа вид кривой может измениться при повторном снятии зависимости в той же точке.

Измерение двойных зависимостей

1. Освойте технику измерения вольт-амперных характеристик туннельного контакта и кривых подвода-отвода (зависимости тока от расстояния между поверхностью и иглой).
2. Для измерения двойной зависимости туннельного тока от напряжения и величины зазора между иглой и образцом в закладке **Кривые** окна **Параметры** выберите в поле **Канал 1** пункт **Отклонение**, а в полях **Аргумент** и **2й Аргумент** — пункты **Высота** и **Тунн. напряжение**. Чтобы дополнительно отслеживать перемещения пьезосканера, выберите в поле **Канал 2** пункт **Высота**.

Литография

1. Создайте черно-белое изображение-маску в формате Bitmap, JPEG или TIFF в любом редакторе для работы

- с растровыми изображениями, загрузите ее в программе «ФемтоСкан Онлайн».
2. На правой панели окна **Параметры** выберите режим **Литография**.
 3. На закладке **Литография** выберите в поле **Режим** пункт **Напряжение**, загрузите изображение-маску (поле **Маска**).
 4. Напряжение (U), которое будет приложено к игле во время сканирования, определяется по следующей формуле:

$$U = U_{\text{масштаб}} N + U_{\text{смещение}},$$

где $U_{\text{масштаб}}$ задается в поле **Масштаб**, мВ; N — координата цветовой шкалы (для белого цвета $N = 1$, для черного $N = 0$); $U_{\text{смещение}}$ — в поле **Смещение**, мВ.

В процессе литографии под действием напряжения протекают следующие процессы:

- при приложении положительных напряжений возможна миграция ионов с поверхности иглы (с золотой иглы атомы начинают мигрировать на поверхность золотой пленки при напряжениях более +3,2 В);
 - при приложении отрицательных напряжений возможно окисление поверхности (окисление графита происходит при напряжениях приблизительно –3,5 В, при низкой влажности протекание процесса затруднено).
5. Запустите сканирование (меню **Старт** → **Z (X, Y)**). После того как будет снят кадр, остановите сканирование, перейдите в режим **Топография**, перезагрузите сервер (меню **Старт**, пункт **Загрузка**).

7.3. Образец отчета

Отчет должен содержать следующие сведения о выполненной лабораторной работе:

- цели и задачи работы;
- краткую теоретическую часть (ответы на контрольные вопросы);

- эксперимент и результаты —
 - а) настройка микроскопа «ФемтоСкан» в режиме СТМ (5–10 предложений);
 - б) краткое описание исследуемого объекта и изображение окна с начальными параметрами сканирования —
 - в) графики зависимостей туннельного тока от напряжения и от расстояния зонд — образец;
 - г) экспериментальные данные — изображение условий сканирования, 2D-изображения поверхности;
 - д) 3D-изображение поверхности;
 - е) изображение реконструированной формы иглы, расчет отношения аспекта A_r , СТМ-изображение до и после применения фильтра *Эрозия*, карта достоверности;
- выводы о проделанной работе.

Вопросы для самопроверки

1. Поясните устройство и принцип действия сканирующего туннельного микроскопа.
2. Каким образом реализуются режимы постоянной высоты и постоянного тока сканирующего туннельного микроскопа?
3. Какие ограничения на свойства исследуемых материалов накладывает сканирующая туннельная микроскопия?
4. Назовите факторы, определяющие качество изображения в СТМ. Какие требования предъявляются к СТМ-зонду?
5. Какие дополнительные характеристики позволяет измерять сканирующая туннельная микроскопия?
6. В чем суть работы алгоритма функции *Слепая аппроксимация формы иглы*, используемого в данной работе для оценки радиуса зонда?

8. Устройство и принцип работы сканирующего наноиндентора Hysitron TI 750 Ubi.

Исследование поверхности методом СЗМ

Лабораторная работа выполняется на установке для проведения наномеханических испытаний Hysitron TI 750 Ubi с использованием специализированного программного обеспечения «Tribo Scan». Для успешного выполнения работы необходимо освоить простейшие навыки работы на приборе, определить параметры шероховатости и основные прочностные характеристики конструкционных материалов.

8.1. Цели и задачи работы

Целью данной работы является изучение принципов и техники наноиндентирования для определения механических свойств конструкционных материалов.

Задачи работы следующие.

1. Обучение работе с контрольно-измерительным прибором Hysitron TI 750 Ubi: калибровке системы (настройка калибровки оптика — наконечник, индентирование «в воздухе»), управлению системой, установке границ образца, программированию функции нагрузки.
2. Проведение ознакомительного эксперимента по получению изображений сканирующей зондовой микроскопии и определению твердости и модуля упругости в плавленом кварце.

Прежде чем приступать к работе с прибором, необходимо проверить правильность сборки и подключения прибора. Любая ошибка может нанести в дальнейшем непоправимый вред прибору, зонду или образцам. Для минимизации вероятности повреждения оборуду-

дования и получения качественных данных необходимо следовать каждому шагу приведенного ниже алгоритма. Более подробно работа с прибором описана в инструкции пользователя по эксплуатации прибора. В случае возникновения неполадок или вопросов следует обратиться к преподавателю до того, как продолжить работу.

8.2. Ход работы

Начало работы

1. Прикрепите выданный преподавателем образец к металлической шайбе. Убедитесь, что поверхность образца достаточно чистая, гладкая и не образует наклона.
2. Положение образца на предметном столике фиксируется с помощью магнитного притяжения. Откройте звукоизолирующий бокс и поместите образец на предметный столик. Рекомендуется сначала опускать образец на самый край предметного столика, а уже затем смещать его в центр столика, где размещен неодимовый магнит (рис. 8.1). Во время выполнения данной операции нужно быть предельно аккуратным, чтобы нечаянно не сломать датчик-преобразователь или зонд.

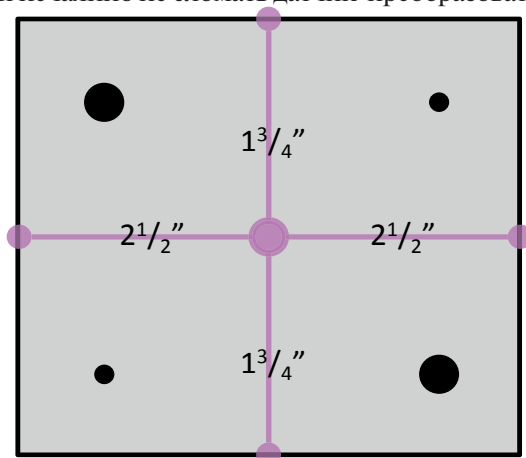


Рис. 8.1. Предметный столик

3. Включите питание прибора, используя выключатель Power, расположенный внизу на передней панели. Для того чтобы уменьшить влияние теплового дрейфа прибора, до начала проведения измерений необходимо выждать 15 мин.
4. Включите компьютер. Запустите программу TriboScan через ярлык на рабочем столе или из меню **Пуск**. Программе может потребоваться несколько минут на инициализацию. Если питание прибора не было включено до запуска программы TriboScan, система не сможет инициализировать подключенные электронные компоненты.
5. Для создания нового рабочего пространства настроек, в левом верхнем углу щелкните стрелку вниз рядом с **Default workspace** (рис. 8.2). Выберите пункт **New Workspace** и задайте новое имя для рабочего пространства.

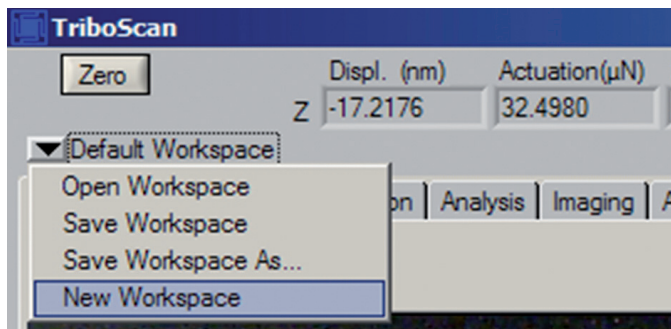


Рис. 8.2. Создание нового рабочего пространства настроек

Калибровка системы

Поскольку измерения с нанометровым разрешением подразумевают высокую чувствительность, постольку для поддержания воспроизводимости и точности измерений необходимо убедиться в том, что компоненты прибора правильно откалиброваны.

При первом запуске измерительного преобразователя необходимо создать файл с константами преобразователя. Чтобы создать новый файл, перейдите на вкладку **Calibration** → **System Calibration** и выберите **File** → **Save as**. Если файл с константами уже был создан, его можно просто загрузить, перейдя на вкладку **Calibration** → **System Calibration** и выбрав **File** → **Open**.

После того как файл с константами загружен или создан, значения констант необходимо взять из таблицы, поставляемой вместе с измерительным преобразователем. Индивидуальный перечень констант преобразователя составляется каждый раз при калибровке преобразователя на заводе Hysitron. Перечни констант для преобразователей SN5–141–090 и SN5–141–91 приведены в прил. 3. Перед началом измерений необходимо проверить, что заданные значения констант совпадают с рекомендованными.

Проверка величины поправки

Величина поправки для системы подлежит проверке после каждого включения контрольного блока *performech*, изменения, установке или удаления оборудования.

Чтобы проверить величину поправки, перейдите на вкладку **Calibration** → **System Calibration** и нажмите кнопку **Update** в группе параметров **System parameters** (рис. 8.3). Величина поправки будет выведена справа от кнопки *Update*. Если значение поправки положительное, равно нулю или отличается от соответствующей константы более чем на (± 50) мг, то это означает, что существует проблема, связанная с преобразователем или установкой зонда. Для устранения проблемы обычно бывает достаточно переустановить зонд для наноиндентирования.

Калибровка оси Z (индентирование в воздухе)

Калибровку оси Z необходимо проводить при каждом использовании прибора. Поскольку калибровка проводится без участия образца, перед ее началом необходимо убедиться, что зонд удален на достаточное расстояние от поверхности образца.

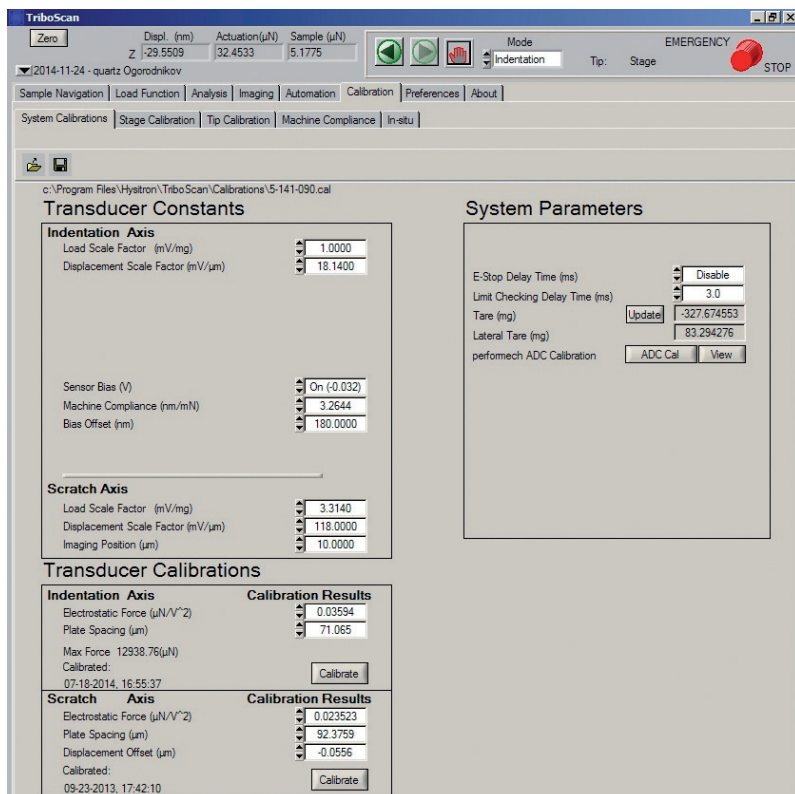


Рис. 8.3. Калибровка оси Z

1. Перейдите на вкладку **Calibration** и откройте вложенную вкладку **System Calibrations** (рис. 8.3).
2. После проверки констант датчика-преобразователя в группе настроек Transducer Calibrations под заголовком *Indentation axis* нажмите кнопку **Calibrate** (рис. 8.3). Произойдет переход на вкладку *Load Function* (рис. 8.4).
3. Проверьте, что выбрана функция нагрузки *Indentation Axis Calibration.lbf* и значение параметра *Peak Force* равно

600 мкН. Нажмите на новой вкладке кнопку **Call Air Indent** и подтвердите, что функция нагрузки задана верно (рис. 8.4).

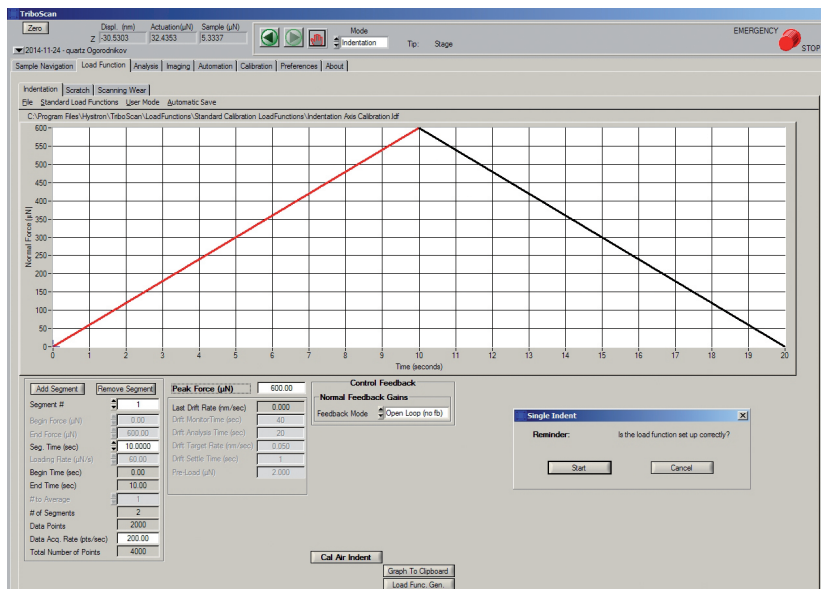


Рис. 8.4. Калибровка оси Z

- Результаты индентирования в воздухе выводятся в реальном времени, как это показано на рис. 8.5.

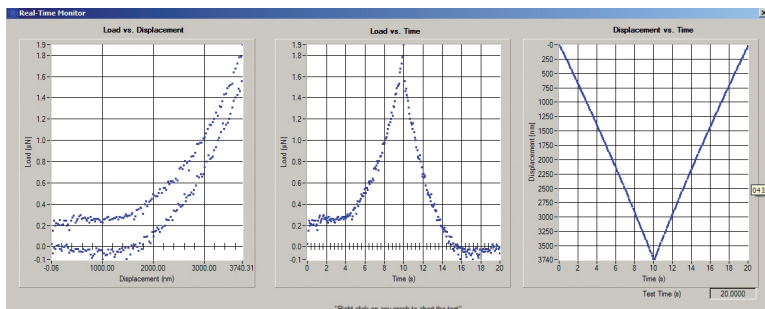


Рис. 8.5. Графики зависимости нагрузки от смещения, смещения от времени и нагрузки от времени при проведении калибровки оси Z

Если калибровка успешно завершена, подтвердите сохранение результатов. В противном случае необходимо исправить ошибку и повторить процедуру.

5. Появится график зависимости силы электростатического притяжения от смещения (рис. 8.6). Результаты калибровки (красный график) должны хорошо описываться линейной аппроксимацией (синий график) и максимальное смещение должно лежать в диапазоне 3–4,5 мкм. При больших значениях смещения необходимо уменьшить значение параметра *Peak Force*.

Не следует начинать подвод зонда к образцу до того, как будет успешно завершена калибровка оси Z.

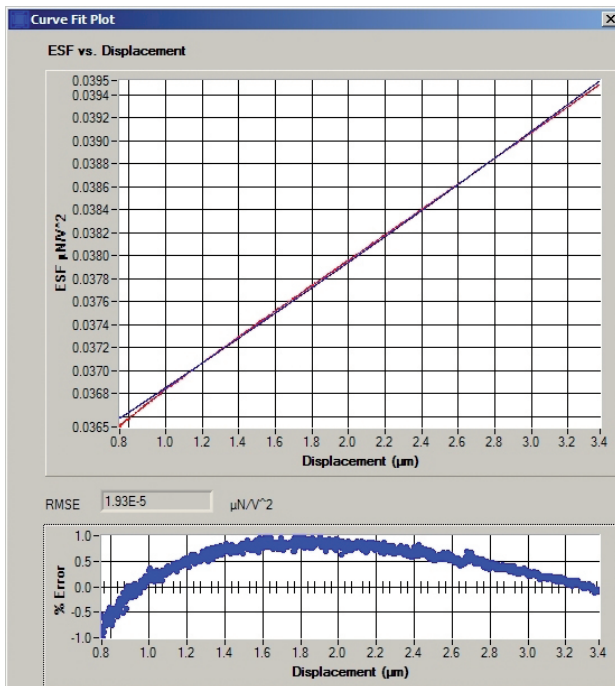


Рис. 8.6. Графики зависимости электростатического притяжения от смещения при проведении калибровки оси Z

Подвод зонда к поверхности образца

Подвод зонда к поверхности образца осуществляется следующим образом.

1. Установите образец на столик.
2. Используя программное управление платформой Z и ручное управление платформами X/Y , расположите их так, чтобы зонд оказался около края (вершины, если смотреть сверху) образца (рис. 8.7).

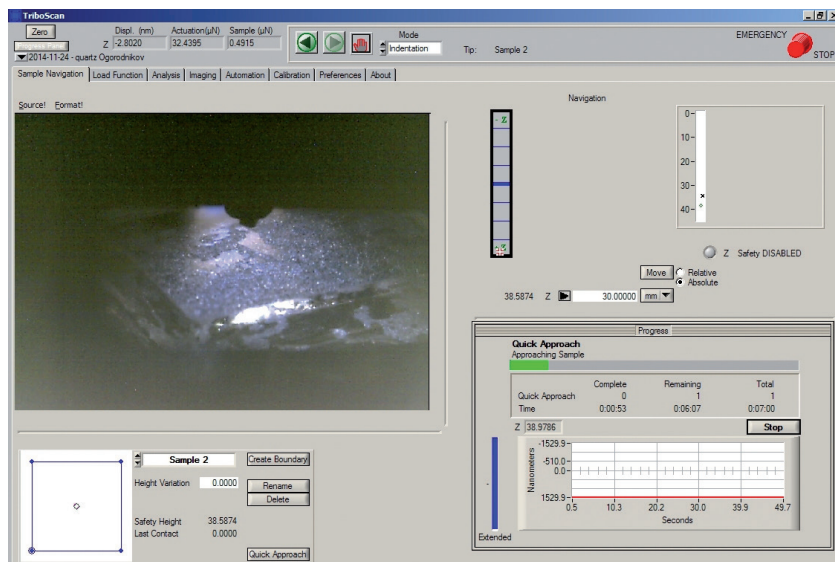


Рис. 8.7. Подвод зонда к поверхности образца

Область управления столиком позволяет пользователю перемещать предметный столик по оси Z , нажимая на площадку движения (рис. 8.8). При перемещении столика пользователь может выбрать один из определяемых диапазонов скоростей: медленную, среднюю, быструю и более быструю. Скорость движения увеличивается по мере перемещения курсора к внешней стороне площадки. На-

правление движения столика изменяется при выборе точки, расположенной ближе или дальше от соответствующей оси.

Текущее положение зонда отмечено на экране зеленым ромбом. Для перемещения зонда по оси Z относительно своего текущего положения или начала координат введите соответствующее значение и нажмите кнопку **Move**.

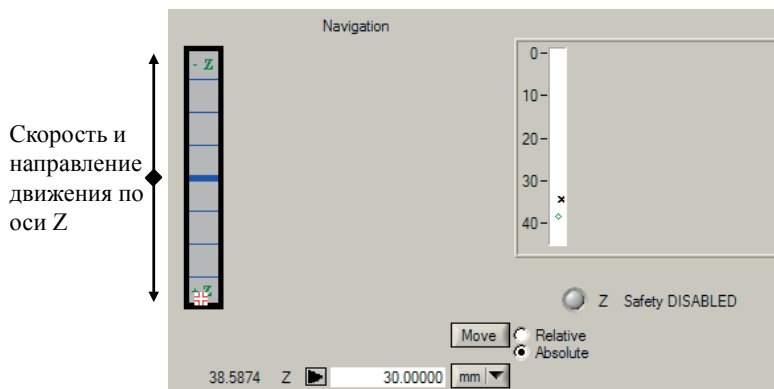


Рис. 8.8. Область управления столиком

Образец можно смещать на небольшие расстояния по осям X и Y путем подкручивания соответствующих винтов, расположенных по краям платформы (рис. 8.9).

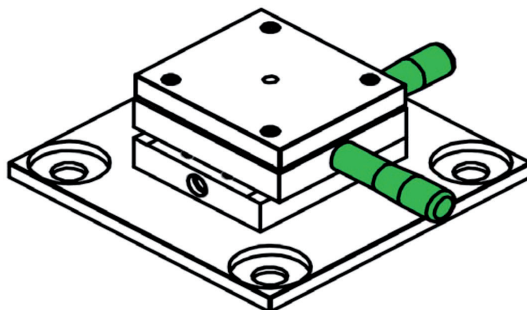


Рис. 8.9. Ручное управление платформами X/Y

По мере приближения зонда на гладкой поверхности образца должно появиться его отражение. В идеальном случае расстояние между зондом и его отражением должно составлять не более 1 мм. Во время выполнения данной операции может потребоваться отключить *Z Safety*, чтобы снять ограничения на перемещения по оси *Z*.

3. Проверьте наличие команды *Safety Height*, нажмите кнопку **Quick Approach** (автоматическая подводка пьезосканера). Запишите число из строчки *Last Contact* (глубина проникновения индентора в миллиметрах).

Прибор оснащен схемой экстренной остановки, которая детектирует столкновение зонда с объектом (избыточную силу) и немедленно останавливает любое перемещение платформы *Z* до того, как мотор перемещения по оси *Z* не будут перемещены назад, а избыточная сила не исчезнет.

Для того чтобы привести систему в порядок после экстренной остановки (рис. 8.10):

- а) откройте переднюю дверцу оболочки прибора;
- б) найдите желтую ручку в верхней части платформы перемещения по оси *Z*;
- в) поверните желтую ручку по часовой стрелке (смотря на нее сверху), чтобы передвинуть платформу по оси *Z* вверх до тех пор, пока не появится зазор в несколько миллиметров между зондом наноиндентора и образцом (или платформой);
- г) нажмите кнопку **Enable Motors** (*Задействовать моторы*), которая появится над кнопкой *Emergency Stop* в правой верхней части окна ПО Tribo Scan;
- д) переведите платформу по оси *Z* в исходное положение, перейдя во вкладку **Calibration**, затем на вложенную вкладку **Stage Calibration** и выберите в меню **Setup** пункт **Home Z-Axis**.

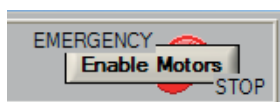
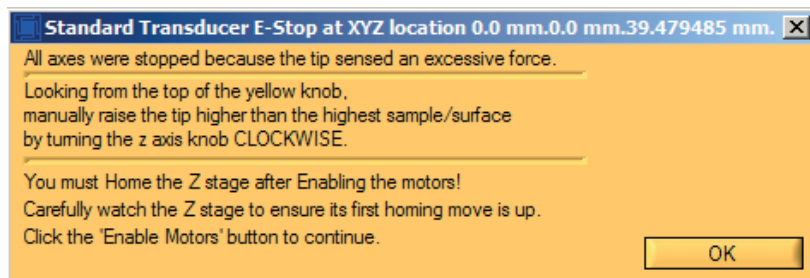


Рис. 8.10. Экстренная остановка

Получение изображений в режиме сканирующей зондовой микроскопии

Изображение выбранной области образца можно получить следующим образом.

1. В пределах рабочей области оптически определите интересующую вас область образца (вкладка **Sample Navigation**).
2. Перейдите на вкладку **Imaging**. Используйте приведенные ниже параметры для предварительного сканирования. Увеличение значения интегральной связи позволяет получить более четкое изображение, но при превышении некоторого значения приводит к появлению осцилляций.
 - Scan Rate — 1 Гц;
 - Tip Velocity — 20 мкм/с;
 - Scan Size — 10 мкм;
 - Setpoint — 2 мкН;
 - Integral Gain — 90;
 - Vertical Scanning — Off.
3. На вкладке **Imaging** нажмите кнопку **Approach** (рис. 8.11) или выберите пункт **Approach** меню **Engage**. Имейте в виду,

- что *imaging approach* использует те же параметры, что и *quick approach*.
4. Система будет сдвигать площадку с размещенными на ней образцами, пока зонд не приблизится к поверхности образца в заданной точке отсчета (*set point*) 2 мкН. Окно *Progress* будет закрыто, как только зонд достигнет заданного значения точки отсчета.
 5. Нажмите кнопку **Start scan** (рис. 8.12) или выберите пункт **Start Scan** меню **Control** для начала сканирования поверхности образца. Обратите внимание, что процесс сканирования не останавливается по завершении сканирования, а начинается заново. Чтобы сохранить скан, когда он будет готов, нажмите кнопку с камерой или выберите пункт **Capture** меню **Image**.

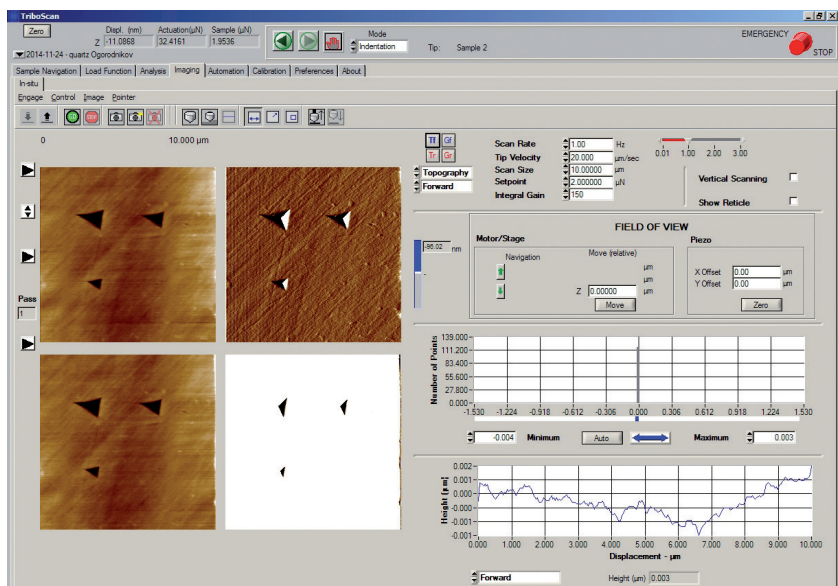


Рис. 8.11. Окно проведения СЗМ-измерений

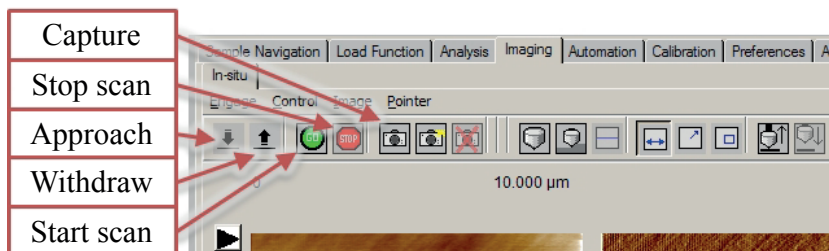


Рис. 8.12. Расположение основных кнопок на вкладке *in situ*

6. Далеко не всегда удастся разглядеть представляющие интерес детали рельефа на поверхности. Чтобы устранить перепад высот, создаваемый наклоном образца, в ходе проведения измерений, выберите пункт **Background Subtraction** меню **Image** и метод вычитания. На сохраняемых изображениях наклон будет присутствовать. Для коррекции цветовой палитры необходимо во вкладке **Number of Points** нажать кнопку **Auto**, для тонкой настройки с помощью стрелочек изменяйте значение *Minimum* и *Maximum*.
7. Чтобы сохранить понравившееся изображение по завершению сканирования, нажмите кнопку **Capture** или выберите пункт **Capture** меню **Image** и укажите директорию для сохранения изображений. Щелкнув по кнопке правой кнопкой мыши, можно ограничить число изображений, которое будет записано.
8. После окончания СЗМ-измерений нажмите кнопку **Withdraw** (рис. 8.12) или выберите пункт **Withdraw** меню **Engage**. Если в дальнейшем необходимо произвести *Наноиндентирование*, то отводить зонд от образца не нужно!

Обработка СЗМ-изображений и измерение параметров шероховатости

Программа Tribo View запускается через вкладку **Analysis** → **Image** после проведения СЗМ-измерений и отвода зонда от поверхности. Чтобы открыть полученное ранее СЗМ-изображение, выберите пункт **Open** меню **File**. Если таких файлов несколько, выберите пункт **Select Image Directory** меню **File** и перейдите в папку с файлами. Будет открыто окно с СЗМ-изображениями, для доступа к любому из них дважды щелкните по нему (рис. 8.13).

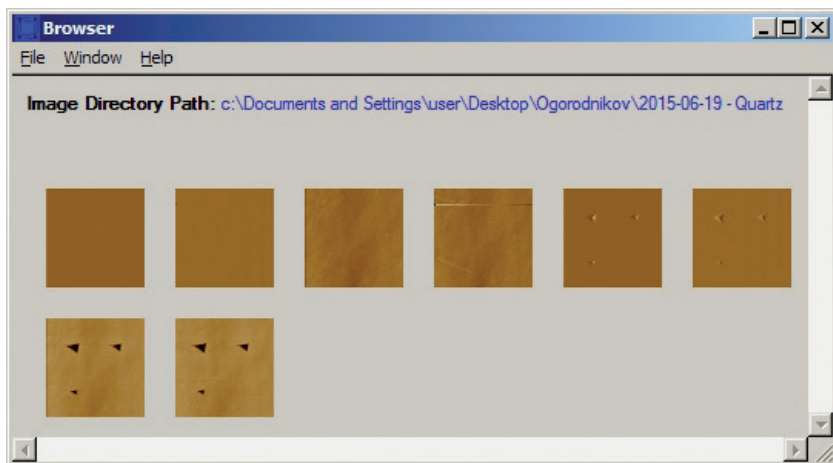


Рис. 8.13. Окно браузера СЗМ-изображений

Обработка изображения осуществляется путем выбора соответствующей операции из выпадающего списка (рис. 8.14).

Background Subtraction позволяет устранить наклон образца, на фоне которого могут оставаться незамеченными мелкие детали. Наклон корректируется либо путем выравнивания среднего значения строк (*Linear regression*) или вычитания наклона плоскости (*Average plane*).

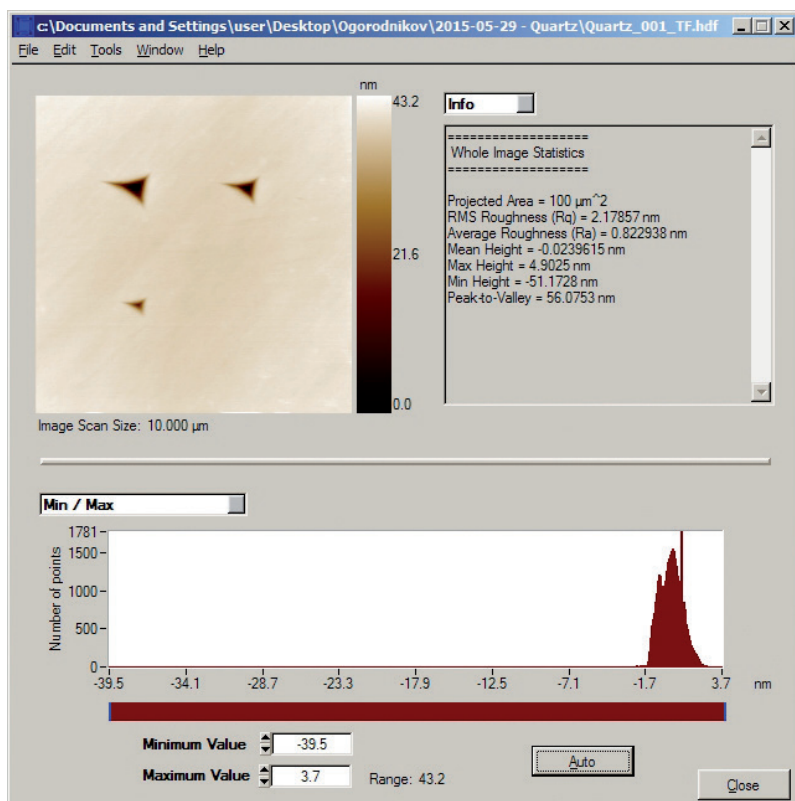


Рис. 8.14. Окно СЗМ-изображения

Чтобы скорректировать битые линии, выберите пункт **Remove Lines** меню **Tools**, наведите указатель на линию и щелкните по ней левой кнопкой мыши.

Чтобы построить трехмерное изображение поверхности, выберите пункт **3DPlot** меню **Tools**.

Чтобы сохранить изображение в графическом формате, выберите пункт **Save Image As** меню **File**.

Поскольку при наноиндентировании площадь контакта индентора с образцом определяется косвенным путем — по величине измеряемого смещения индентора, постольку при определении механических характеристик поверхности шероховатость образца имеет существенное значение.

Чтобы рассчитать параметры шероховатости, выберите пункт меню **Tools** → **Roughness** → **Whole Image** или **Sub Image** и в выпадающем списке справа от СЗМ-изображения выберите пункт **Info** (рис. 8.14 и 8.15). Параметры шероховатости, рассчитанные по всему СЗМ-изображению (рис. 8.14) или выделенной ее части (рис. 8.15), отобразятся в окне *Info*. Для снижения роли шероховатости при измерениях рекомендуется проводить усреднение по большому числу отдельных тестов, проведенных в эквивалентных условиях.

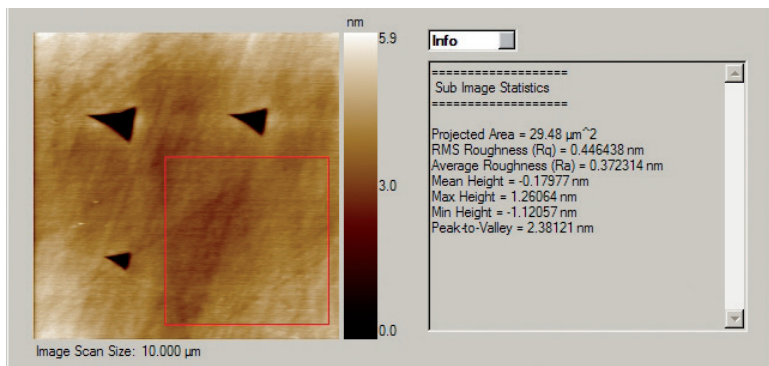
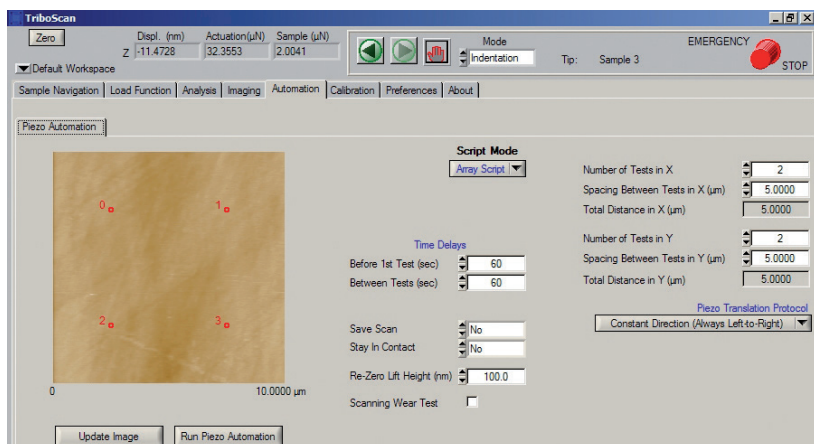


Рис. 8.15. Измерение параметров шероховатости

Наноиндентирование

1. Перейдите на вкладку **Automation** → **Methods** для создания функции нагрузки. Функция нагрузки должна иметь общее время 12 с со следующей разбивкой: 5 с — нагрузка, 2 с — выдержка и 5 с — разгрузка в режиме контроля нагрузки. Выдержку на пиковой нагрузке применяют, поскольку задержка отклика материала на приложенную нагрузку может

- приводить к отрицательному уклону начала кривой разгрузки в этой области, от которой зависит контактная жесткость.
2. Перейдите на вкладку **Automation** → **Piezo Automation** (рис. 8.16). Она содержит все необходимые параметры для проведения испытаний в автоматическом режиме с помощью пьезосканера. При работе в данной вкладке будет использоваться ранее выбранная функция нагрузки.
 3. На данной вкладке в меню **Script Mode** можно задать режим автоматического сканирования. Нас интересует режим **Array Script**: используется для задания сетки индентирования по выбранной области на поверхности образца. В данном режиме пользователь должен определить число тестов по осям X и Y , а также расстояние между ними. Необходимо задать направление сканирования: слева направо (*Constant Direction*); из левого верхнего угла к самой правой точке следующей строки и от правой стороны к левой, т. е. по «серпантину» (*Serpentine*). Чтобы иметь возможность наблюдать, в каких точках на АСМ-изображении будет проведено индентирование, нажмите кнопку **Update Image**.

Рис. 8.16. Вкладка **Automation** → **Piezo Automation**

4. После нажатия кнопки **Run Piezo Automation** укажите директорию для сохранения данных измерений и задайте изменение пиковой нагрузки 500–8000 мкН на протяжении серии тестов.

Для анализа полученного результата перейдите на вкладку **Analysis** → **Indent** → **Quasi** (рис. 8.17). Необходимо задать **Upper Fit %** (верхний предел подгонки аппроксимирующей кривой, по умолчанию 95 %) и **Lower Fit %** (нижний предел подгонки, по умолчанию 20 %). Там же задается **Unloading Segment** для участка кривой, отвечающей разгрузке (рекомендуемое значение 3 в случае со стандартной трапециевидной функцией нагружения). После того необходимо нажать кнопку **Execute Fit** (*Провести подгонку (подбор) аппроксимирующей кривой*). Будет произведена подгонка (аппроксимация) кривой с использованием текущей функции площади наконечника и выше обозначенных параметров подгонки. Система рассчитает и измерит остальные данные, которые пустуют в правой части экрана, включая приведенный модуль и твердость в соответствие с моделью Оливера — Фарра. **Unload Point** (*Точка разгрузки*) определяется как индексная точка кривой разгрузки, имеющая максимальное значение. Эта точка выбирается автоматически, но может быть откорректирована пользователем.

Проведите сканирование поверхности образца после индентирования. Сравните значения коэффициентов шероховатости до и после проведения индентирования.

Завершение работы

1. Если вы проводили исследование поверхности методом сканирующей зондовой микроскопии или запускали автоматическое наноиндентирование, то прежде всего вам нужно разорвать контакт зонда с поверхностью образца. Для этого перейдите на вкладку **Imaging** и нажмите кнопку **With draw** в меню инструментов. Если зонд уже не находится в контакте с поверхностью, то кнопка будет недоступна для нажатия.

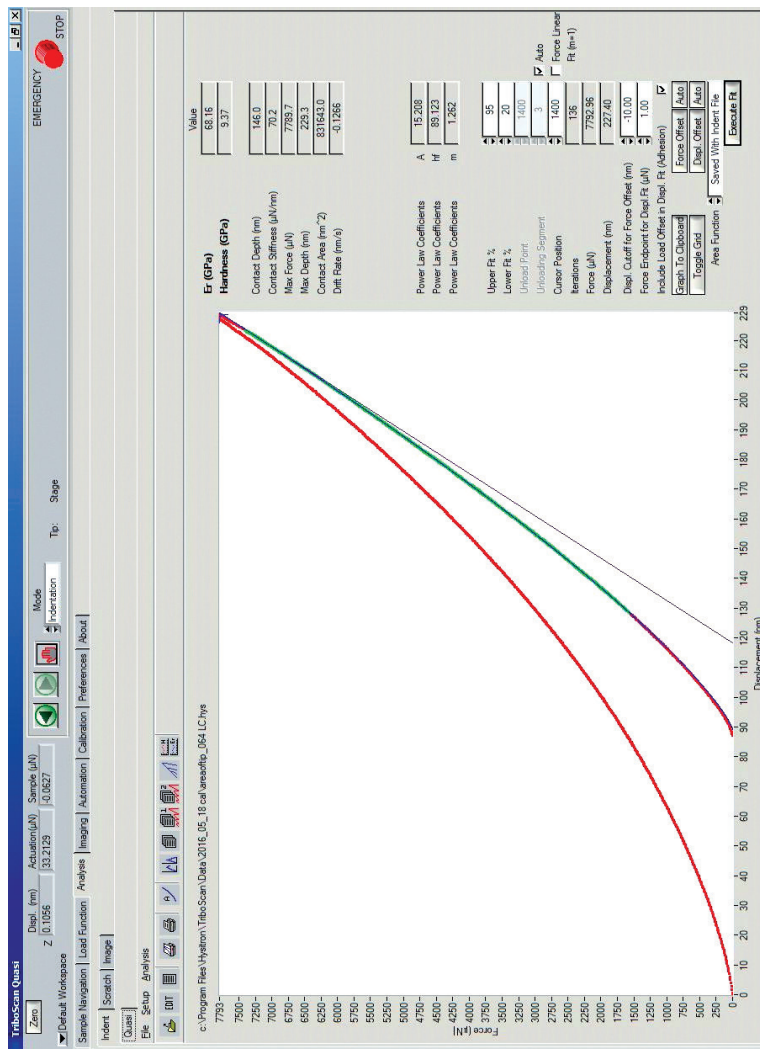


Рис. 8.17. Вкладка Analysis → Indent

2. После того как будет разорван контакт зонда с поверхностью, перейдите обратно на вкладку **Sample Navigation** и отведите зонд от поверхности на безопасное расстояние 1–3 мм.
3. Откройте звукоизолирующий бокс и удалите ранее установленные образцы. При выполнении данной операции будьте предельно осторожны, чтобы не коснуться датчика-преобразователя или зонда.
4. Закройте программу Tribo Scan. Подтвердите выход из программы во всплывающем окне.
5. Выберите не сохранять рабочий стол в очередном всплывающем окне.
6. Программе может потребоваться несколько минут на сброс всех позиций рабочей области.
7. Выключите компьютер.

8.3. Образец отчета

Отчет включает следующие данные о выполненной лабораторной работе:

- цели и задачи;
- краткую теоретическую часть (ответы на контрольные вопросы);
- эксперимент и результаты —
 - а) проведите калибровку сканирующего наноиндентора TI 750 Ubi и задание рабочей области образца. Процесс калибровки описывается кратко, в 5–10 предложениях, график зависимости электростатического притяжения от смещения, полученный при калибровке оси Z прилагается;
 - б) приведите краткое описание исследуемого объекта и полученное СЗМ-изображение до и после обработки в программе Tribo Analysis. Постройте трехмерное изображение поверхности;

в) рассчитайте по гистограмме распределения высот значения шероховатости поверхности R_a и R_q . Сравните их со значениями, рассчитанными программой Tribo Analysis;

г) приведите график зависимости нагружения от смещения. Выполните расчеты приведенного модуля упругости E_r и инденторной твердости H с указанием погрешностей по данным, сохраненным в текстовый файл. Сравните полученные результаты с экспериментальными, проведите их анализ. Для плавленого кварца приведенный модуль должен быть 69,6 ГПа (± 5) %, а твердость — 9,25 ГПа (± 10) %.

- выводы о проделанной работе.

Вопросы для самопроверки

1. Приведите основные характеристики материала, которые можно извлекать из диаграмм нагрузка — деформация.
2. Какие преимущества дает совместное использование методов наноиндентирования и сканирующей зондовой микроскопии?
3. Опишите механизм приложения электростатической нагрузки в датчике-преобразователе.
4. Опишите основные особенности калибровки компонентов наноиндентора.
5. Приведите график зависимости нагрузки от глубины вдавливания. Что он характеризует?
6. Какие существуют методы расчета твердости и модуля Юнга по экспериментальным кривым внедрения индентора?
7. Каковы причины погрешностей измерения твердости и модуля упругости и способы их устранения?

СЛОВАРЬ ТЕРМИНОВ*

Атомно-силовая микроскопия, *сокр.* АСМ (англ. *atomi force microscopy*, или *scanning force microscopy*, *сокр.* *AFM*, *SFM*) — один из методов зондовой сканирующей микроскопии, применяемый для исследования локальных свойств поверхности, в котором анализируют силу взаимодействия иглы кантилевера (зонда) с поверхностью исследуемого образца в процессе сканирования. АСМ также используется для направленного модифицирования поверхности вещества (материала) на уровне отдельных атомов.

Бинниг Герд Карл (англ. Binnig Gerd Carl, 1947 г.р.) — немецкий физик, изобретатель сканирующего туннельного микроскопа (СТМ) и атомно-силового микроскопа (АСМ). В 1986 году разделил с Генрихом Рорером (Heinrich Rohrer) Нобелевскую премию по физике за изобретение СТМ. Разработки Биннига расширили возможности нанотехнологий, позволив не только визуализировать отдельные атомы, но и манипулировать ими.

Зонд (англ. *probe*) — в широком смысле — датчик, сенсор, первичный преобразователь, элемент измерительного, сигнального, регулирующего или управляющего устройства системы, преобразующий контролируемую величину в удобный для использования сигнал. Применительно к нанотехнологиям

* URL: <http://thesaurus.rusnano.com/wiki/>

под термином «зонд» обычно понимают острие иглы микроскопа, которое взаимодействует с исследуемой поверхностью.

Конструкция зонда, его форма и материал, из которого он изготовлен, определяются принципом работы и отличаются для различных типов сканирующих зондовых микроскопов. В сканирующей туннельной микроскопии в качестве зонда, как правило, используется игла из вольфрама, полученная с помощью электрохимического травления. В атомно-силовой микроскопии в качестве зонда используется микроострие, закрепленное на упругой микроконсоли (кантилевер). Для регистрации магнитных взаимодействий используется острие из магнитного материала.

Кантилевер (англ. *cantilever*) — устоявшееся название наиболее распространенной в сканирующей зондовой микроскопии конструкции микромеханического зонда.

Кантилевер представляет собой массивное прямоугольное основание размерами примерно $1,5 \times 3,5 \times 0,5$ мм с выступающей из него балкой (собственно кантилевером) шириной около 0,03 мм и длиной 0,1–0,5 мм. Одна из сторон балки является зеркальной (иногда для усиления отраженного лазерного луча на нее напыляют тонкий слой алюминия), что позволяет использовать оптическую систему контроля изгиба кантилевера. На противоположном свободном конце балки находится игла, взаимодействующая с измеряемым образцом. Форма иглы может значительно изменяться в зависимости от способа изготовления. Радиус острия иглы промышленных кантилеверов находится в пределах 5–90 нм, лабораторных — от 1 нм.

Манипуляция атомами (англ. *atomic manipulations*) — направленное перемещение и позиционирование атомов в пространстве.

Идеальный процесс создания наноструктур — это сборка атом за атомом, как предлагал Ричард Фейнман (Richard Feynman) в своей пророческой статье 1960 году. С развитием сканирующей

зондовой микроскопии (СЗМ) эта фантастическая перспектива стала реальностью. В настоящее время среди различных подходов СЗМ показала себя как наиболее простой и удобный метод манипулирования атомами. Дополнительное достоинство СЗМ — это то, что его можно использовать не только как исследовательский прибор, но и как инструмент для воздействия на атомы поверхности. Используя межатомные силы между «последним» атомом иглы и атомом на поверхности, а также электростатические силы, действующие со стороны иглы на поверхность, или же токи высокой плотности, можно цеплять атомы к игле, перемещать их по поверхности в нужное место, удалять ненужные, осаждать дополнительные атомы с иглы. Итак, для атомных манипуляций и наблюдения служит один и тот же прибор: можно сначала осмотреть поверхность, выбрать объект для манипуляций, произвести их, а затем проверить результат.

Микроскопия (англ. *microscopy*) — наука и техника применения микроскопов для получения увеличенных изображений малых объектов.

Микроскопия подразделяется на три большие области: оптическую, электронную и сканирующую зондовую. В оптической и электронной микроскопии используются дифракция, отражение или преломление электромагнитного излучения или электронных пучков при взаимодействии с исследуемым объектом с последующей регистрацией излучения для построения изображения. Это может происходить как при облучении поля изображения образца целиком, например, в обычной оптической микроскопии или просвечивающей электронной микроскопии, так и при сканировании образца пучком маленького размера, например, в конфокальной лазерной сканирующей микроскопии или сканирующей электронной микроскопии. В сканирующей зондовой микроскопии изображение поверхности объекта формируется с помощью зонда, сканирующего поверхность объекта. Изображение получается путем механического перемещения зонда по траектории

в виде растра (строка за строкой) и регистрации взаимодействия между зондом и поверхностью как функции его положения (координат).

Предельная разрешающая способность в различных видах микроскопии:

- традиционная оптическая до 200 нм;
- флуоресцентная наноскопия до 10 нм;
- медленных электронов до 10 нм;
- сканирующая электронная до 1 нм;
- атомно-силовая до 0,2 нм (отдельные атомы);
- сканирующая туннельная до 0,2 нм (отдельные атомы);
- полевая ионная до 0,2 нм (отдельные атомы);
- полевая эмиссионная до 0,2 нм (отдельные атомы);
- просвечивающая электронная до 0,05 нм (отдельные атомы).

Наноиндентирование, иначе индентирование (англ. *nanoindentation*) — испытание материала методом индентирования (вдавливания в поверхность образца специального инструмента индентора), применяемое к нанообъемам материала (тонкие пленки и покрытия, микро- и наноструктуры).

Наноструктурированный материал, иначе наноматериал, (англ. *nanostuctured materil, nanomaterial*) — конденсированный материал полностью или частично состоящий из структурных элементов (частицы, зерна, кристаллиты, волокна, прутки, слои) с характерными размерами от нескольких нанометров до нескольких десятков нанометров, причем дальний порядок в структурных элементах сильно нарушен и роль многочастичных корреляций в расположении атомов в этих элементах берет на себя ближний порядок, а какие-либо макроскопические свойства материала определяются размерами и (или) взаимным расположением структурных элементов.

Основными типами наноструктурированных материалов по размерности структурных элементов, из которых они состоят,

являются нульмерные (0D), одномерные (1D), двумерные (2D) и трехмерные (3D) наноматериалы. К нульмерным (0D) наноматериалам относятся нанокластерные материалы и нанодисперсии, т. е. материалы, в которых наночастицы изолированы друг от друга. Структурные элементы в 0D, 1D и 2D наноматериалах могут быть распределены в жидкой или твердой макроскопической матрице (хост-материал) или находиться на подложке. К трехмерным (3D) наноматериалам относят порошки, волоконные, многослойные и поликристаллические материалы, в которых 0D, 1D и 2D структурные элементы плотно прилегают друг к другу, образуя между собой поверхности раздела. Важным типом трехмерного наноструктурированного материала является компактный, или консолидированный (*bulk*), поликристалл с зернами нанометрового размера, весь объем которого заполнен нанозернами, свободная поверхность зерен практически отсутствует и имеются только границы раздела зерен — интерфейсы. Образование интерфейсов и «исчезновение» поверхности наночастиц (нанозерен) — принципиальное отличие трехмерных компактных наноматериалов от нанокристаллических порошков разной степени агломерации, состоящих из частиц такого же размера, как и компактный наноструктурированный материал.

Пьезоэлектрик (англ. *piezoelectric materials*) — диэлектрик, в котором наблюдается пьезоэффект.

Пьезоэлектрики — кристаллические диэлектрики, не имеющие центра симметрии. В кристаллах, обладающих центром симметрии, пьезоэффект невозможен. Наличие других элементов симметрии (оси, плоскости симметрии) может запрещать появление поляризации в некоторых направлениях или при деформациях, ограничивая тем самым число кристаллов-пьезоэлектриков.

В некоторых поликристаллических диэлектриках пьезоэлектрические свойства можно создавать искусственно, путем образования так называемой пьезоэлектрической текстуры, например, поляризацией в электрическом поле. Таким образом изготавли-

вается пьезокерамика — поликристаллические твердые растворы, подвергнутые предварительной поляризации в электрическом поле.

Пьезоэлектрики широко используются в акустике, ультразвуковой технике, радиовещании, акустоэлектронике, дефектоскопии и в других областях.

Первым подробно исследованным (братьями Ж. и П. Кюри) пьезоэлектриком был кристаллический кварц, остающийся до сих пор наиболее предпочтительным в высокочастотных применениях пьезоэффекта из-за малых потерь энергии. В промышленности для изготовления низкочастотных (ниже 10 МГц) электромеханических и механоэлектрических преобразователей наиболее часто применяются пьезокерамики, такие как титанат бария, цирконат-титанат свинца, материалы ниобатной системы и др. Коэффициент преобразования «напряжение — длина» у образцов длиной порядка 1 см из керамик составляет величину порядка 1 нм/В. Пьезоэлектрическая керамика широко применяется для изготовления одной из основных деталей сканирующих туннельных и атомно-силовых микроскопов (СТМ и АСМ) — кантилевера, на котором крепится острие микроскопа, использование которого дает возможность обследовать поверхность с атомарным (порядка 0,1 Å) размером «шага» вдоль нее.

Режимы измерений на СТМ (англ. *STM operation modes*). В сканирующей туннельной микроскопии (СТМ) есть пять основных варьируемых параметров. Это горизонтальные координаты x и y , высота z , напряжение смещения V и туннельный ток I . В зависимости от того, как эти параметры варьируются, выделяют три основных режима измерений на СТМ: 1) режим постоянного тока, в котором I и V поддерживаются постоянными, x и y меняются в ходе сканирования иглы, а z измеряется; 2) режим постоянной высоты (также называемый режимом токового изображения), в котором z и V поддерживаются постоянными, x и y меняются в ходе сканирования, а I измеряется; 3)

сканирующая туннельная спектроскопия, являющаяся целым набором режимов, в которых варьируется V .

Рорер Генрих (англ. *Rohrer Heinrich*, 1933 г.р.) — швейцарский физик, изобретатель сканирующего туннельного микроскопа (СТМ). В 1986 году разделил с Гердом Биннигом Нобелевскую премию по физике за изобретение СТМ.

Сканирующая зондовая микроскопия, сокр. СЗМ (англ. *scanning probe microscopy*, сокр. *SPM*) — область микроскопии, в которой изображение поверхности объекта формируется с помощью зонда, сканирующего его поверхность. Изображение получается путем механического перемещения зонда по траектории в виде раstra (строка за строкой) и регистрации взаимодействия между зондом и поверхностью как функции его положения (координат).

Сканирующие зондовые микроскопы могут регистрировать несколько взаимодействий одновременно. В зависимости от типа взаимодействия, которое используют для построения изображения, различают моды (режимы) работы микроскопов.

Существуют следующие виды СЗМ:

- атомная-силовая микроскопия (ACM) (*Atomic Force Microscopy, AFM*);
- баллистическая электронно-эмиссионная микроскопия (БЭЭМ) (*Ballistic Electron Emission Microscopy, BEEM*);
- магнитно-силовая микроскопия (MCM) (*Magnetic Force Microscopy, MFM*);
- магнитно-силовая резонансная микроскопия (*Magnetic Resonance Force Microscopy, MRFM*);
- метод зонда Кельвина (*Kelvin Probe Force Microscopy, KPFM*);
- микроскопия модуляции силы (*Force Modulation Microscopy, FMM*);
- микроскопия электростатических сил (МЭС) (*Electrostatic Force Microscopy, EFM*);

- сканирующая ближнеполевая оптическая микроскопия (СБОМ) (*Near-Field Scanning Optical Microscopy, NSOM*, или *Scanning Near-Field Optical Microscopy, SNOM*);
- сканирующая емкостная микроскопия (*Scanning Capacitance Microscopy, SCM*);
- сканирующая зондовая микроскопия Холла (*Scanning Hall Probe Microscopy, SHPM*);
- сканирующая микроскопия ионной проводимости (*Scanning Ion-Conductance Microscopy, SICM*);
- сканирующая микроскопия напряжения (*Scanning Voltage Microscopy, SVM*);
- сканирующая термомикроскопия (*Scanning Thermal Microscopy, SThM*);
- сканирующая туннельная микроскопия (СТМ) (*Scanning Tunneling Microscopy, STM*);
- спин-поляризационная сканирующая туннельная микроскопия (СП СТМ) (*Spin Polarized Scanning Tunneling Microscopy, SPSTM*);
- фотонная сканирующая туннельная микроскопия (ФСТМ) (*Photon Scanning Tunneling Microscopy, PSTM*);
- электрохимическая сканирующая туннельная микроскопия (ЭХ СТМ) (*Electrochemical Scanning Tunneling Microscopy, ESTM*).

Сканирующая туннельная микроскопия, сокр. СТМ (англ. *scanning tunneling microscopy, сокр. STM*) — один из методов зондовой сканирующей микроскопии, в котором анализируют плотность состояний атомов поверхности с помощью измерения туннельного тока. Предназначен для исследования поверхности проводящих веществ и материалов на атомном уровне и для формирования трехмерного изображения поверхности. Метод является также одной из технологий, позволяющих создавать на поверхности вещества (материала) искусственные наноструктуры путем перемещения отдельных атомов.

Сканирующая туннельная спектроскопия, *сокр.* СТС (англ. *scanning tunneling spectroscopy*, *сокр.* *STS*) — совокупность методов сканирующей туннельной микроскопии, позволяющих получать информацию о локальной электронной структуре исследуемой поверхности путем варьирования напряжения между иглой и образцом.

Туннелирование (англ. *tunneling*) — проявление туннельного эффекта, когда частица, первоначально локализованная по одну сторону потенциального барьера (области, пересечение которой недоступно для классической частицы, поскольку потенциальная энергия превышает ее полную энергию), может с отличной от нуля вероятностью проникнуть через барьер и быть обнаруженной по другую его сторону.

ИСПОЛЬЗОВАННЫЙ БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

Головин Ю. И. Наноиндентирование и его возможности / *Ю. И. Головин*. М. : Машиностроение, 2009. 312 с.

Гусенко И. В. Изучение методов сканирующей зондовой микроскопии : учеб.-метод. пособие / *И. В. Гусенко*. Ростов н/Д. : ЮФУ, 2008. 30 с.

Головин Ю. И. Введение в нанотехнику / *Ю. И. Головин*. М. : Машиностроение, 2007. 496 с.

Суздаев И. П. Нанотехнология : физико-химия нанокластеров, наноструктур и наноматериалов / *И. П. Суздаев*. М. : Ком-Книга, 2006. 592 с.

Миронов В. Л. Основы сканирующей зондовой микроскопии : учеб. пособие для вузов / *В. Л. Миронов*. Н. Новгород : Ин-т физики микроструктур РАН, 2004. 114 с.

Павлов П. В. Физика твердого тела : учеб. / *П. В. Павлов, А. Ф. Хохлов*. 3-е изд. М. : Высшая школа, 2000. 494 с.

Фаддеев Л. Д. Лекции по квантовой механике для студентов математиков / *Л. Д. Фаддеев, О. А. Якубовский*. Л. : Изд-во Ленингр. ун-та, 1980. 200 с.

Fisher–Cripps A. C. Nanoindentation / *A. C. Fisher–Cripps*. N. Y. : Springer-Verlag, 2011. 198 p.

Бинниг Г. Сканирующая туннельная микроскопия — от рождения к юности : Нобелевская лекция / *Г. Бинниг, Г. Рорер* // УФН, 1988. Т. 154, № 2. С. 261–278.

Oliver W.C. Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology / *W.C. Oliver, G.M. Pharr* // *J. Mater. Res.* 2004. V. 19, № 1. P. 3–20.

Oliver W.C. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments / *W.C. Oliver, G.M. Pharr* // *J. Mater. Res.* 1992. V. 7, № 6. P. 15644–1583.

Simons J.G. Generalized formula for the electric tunnel effect between similar electrodes separated by a thin insulating film / *J.G. Simons* // *J. Appl. Phys.* 1963. V. 34. P. 1793–1803.

Филонов А. С. Руководство пользователя пакета программного обеспечения для управления зондовым микроскопом и обработки изображений «ФемтоСкан Онлайн» / *А. С. Филонов, А. Д. Сушко, И. В. Яминский*. М. : Центр перспективных технологий, 2010. 154 с.

HYSITRON TI 750 Ubi User Manual. USA : Hysitron Incorporated, 2010. 276 p.

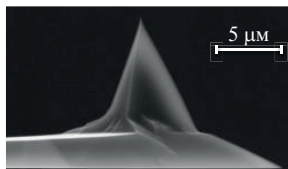
Руководство пользователя сканирующим зондовым микроскопом «ФемтоСкан». М. : Центр перспективных технологий, 2009. 58 с.

НТ-МД [Электронный ресурс]. Режим доступа: <http://www.ntmdt-si.ru/page/resources>. Загл. с экрана.

Словарь нанотехнологических и связанных с нанотехнологиями терминов [Электронный ресурс]. Режим доступа: <http://thesaurus.rusnano.com/wiki/>. Загл. с экрана.

СЭМ**-изображение

Примечания:



Золотое или алюминиевое отражающее покрытие;

Одна прямоугольная консоль;

Гарантированный радиус зонда 10 нм.

Бесконтактные кантилеверы											
Серия	Длина балки, (±5) мкм	Ширина балки, (±3) мкм	Толщина балки, мкм			Резонансная частота, кГц			Силовая константа, Н/м		
			мин	тип	макс	мин	тип	макс	мин	тип	макс
NSG01	125	30	1,5	2,0	2,5	87	150	230	1,45	5,1	15,1
NSG10	95	30	1,5	2,0	2,5	140	240	390	3,1	11,8	37,6
NSG03	135	30	2,0	1,5	2,0	47	90	150	0,35	1,74	6,1
NSG30	125	40	3,5	4	4,5	240	320	440	22	40	100
fpN11S	100 (A)	35	1,7	2,0	2,3	193	254	325	5,6	11,5	22,3
	130 (B)	35	1,7	2,0	2,3	118	152	190	2,6	5,3	9,8
fpN10S	100	35	1,7	2,0	2,3	193	254	325	5,6	11,5	22,3
fpN01S	130	35	1,7	2,0	2,3	118	152	190	2,6	5,3	9,8
Контактные кантилеверы											
CSG01	350	30	0,5	1,0	1,5	4	9,8	17	0,003	0,03	0,13
CSG10	225	30	0,5	1,0	1,5	8	22	39	0,01	0,11	0,5
fpC11S	350 (A)	35	0,7	1,0	1,3	7	10	14	0,01	0,03	0,08
	250 (B)	35	0,7	1,0	1,3	14	20	27	0,03	0,1	0,2
fpC10S	250	35	0,7	1,0	1,3	14	20	27	0,03	0,1	0,2
fpC01S	350	35	0,7	1,0	1,3	7	10	14	0,01	0,03	0,08
Режим модуляции силы											
FMG01	225	32	2,0	2,5	3,0	50	60	70	1	3	5

* <http://www.nanoscopy.ru/equipment/accessories/kantileveri/>

<http://www.nanoscopy.net/rus/products/accessories/spmtips.shtm>

** СЭМ – сканирующий электронный микроскоп.

Кантилеверы с проводящим покрытием

СЭМ-изображение *Примечания:*



Проводящие покрытия: Au, W₂C, PtIr или TiN.

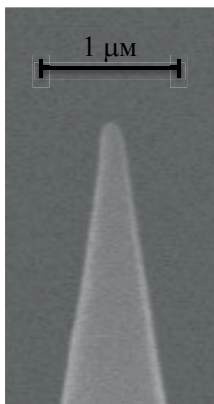
Толщина проводящего покрытия 20–30 нм.

Радиус зонда 35 нм.

Серия	Длина балки, (±5) мкм	Ширина балки, (±3) мкм	Толщина балки, мкм			Резонансная частота, кГц			Силовая константа, Н/м		
			мин	тип	макс	мин	тип	макс	мин	тип	макс
CSG01/Au/Pt/TiN	350	30	0,5	1,0	1,5	4	9,8	17	0,003	0,03	0,13
CSG10/Au/Pt/TiN	225	30	0,5	1,0	1,5	8	22	39	0,01	0,11	0,5
NSG01/Au/Pt/TiN	125	30	1,5	2,0	2,5	87	150	230	1,45	5,1	15,1
NSG10/Au/Pt/TiN	95	30	1,5	2,0	2,5	140	240	390	3,1	11,8	37,6
фNSG03/Au/Pt/TiN	135	30	2,0	1,5	2,0	47	90	150	0,35	1,74	6,1
NSG30/Au/Pt/TiN	125	40	3,5	4	4,5	240	320	440	22	40	100
FMG01/Au/Pt/TiN	225	32	2,0	2,5	3,0	50	60	70	1	3	5
fpN10W2C/Pt	100	35	1,7	2,0	2,3	193	254	325	5,6	11,5	22,3
fpN01W2C/Pt	130	35	1,7	2,0	2,3	118	152	190	2,6	5,3	9,8
fpN11W2C/Pt	100 (A)	35	1,7	2,0	2,3	193	254	325	5,6	11,5	22,3
	130 (B)	35	1,7	2,0	2,3	118	152	190	2,6	5,3	9,8
fpC10W2C/Pt	250	35	0,7	1,0	1,3	14	20	27	0,03	0,1	0,2
fpC01W2C/Pt	350	35	0,7	1,0	1,3	7	10	14	0,01	0,03	0,08
fpC11W2C/Pt	350 (A)	35	0,7	1,0	1,3	7	10	14	0,01	0,03	0,08
	250 (B)	35	0,7	1,0	1,3	14	20	27	0,03	0,1	0,2

Кантилеверы с алмазным покрытием

СЭМ-изображение



Примечания:

Проводящее алмазное покрытие,
легированное азотом.

Толщина покрытия 70 нм.

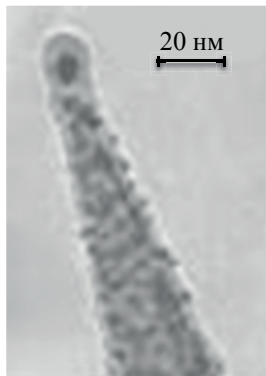
Проводимость 0,5–1 Ом·см.

Радиус зонда 50–70 нм.

Серия	Длина балки, (±5) мкм	Ши- рина балки, (±3) мкм	Толщина балки, мкм			Резонансная частота, кГц			Силовая константа, Н/м		
			мин	тип	макс	мин	тип	макс	мин	тип	макс
DCP11	100	35	1,7	2,0	2,3	190	255	325	5,5	11,5	22,5
	130	35	1,7	2,0	2,3	115	150	190	2,5	5,5	10
DCP20	90	60	1,7	2,0	2,3	260	420	630	28	48	91

Магнитные кантилеверы

СЭМ-изображение



Примечания:

Магнитное покрытие Co/Cr.

Верхнее покрытие из Cr защищает магнитный слой от окисления.

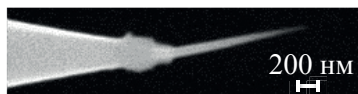
Толщина магнитного покрытия 40 нм.

Радиус зонда 40 нм.

Серия	Длина балки, (±5) мкм	Ширина балки, (±3) мкм	Толщина балки, мкм			Резонансная частота, кГц			Силовая константа, Н/м		
			мин	тип	макс	мин	тип	макс	мин	тип	макс
NSG01Co	125	30	1,5	2,0	2,5	87	150	230	1,45	5,1	15,1
FMG01Co	225	32	2,0	2,5	3,0	50	60	70	1	3	5
fpN01CoCr	130	35	1,7	2,0	2,3	118	152	190	2,6	5,3	9,8
fpN11CoCr	100 (A)	35	1,7	2,0	2,3	193	254	325	5,6	11,5	22,3
	130 (B)	35	1,7	2,0	2,3	118	152	190	2,6	5,3	9,8

Вискерные кантилеверы

СЭМ-изображение



Примечания:

Сканирование узких впадин

близких к вертикальным.

Гидрофобный и механически устойчивый материал вискера.

Угол наклона вискера 10° или 20° .

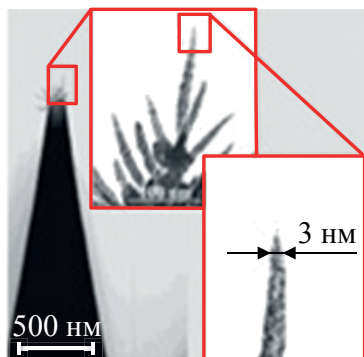
Гарантированный радиус зонда 10 нм.

Длина вискера $1 (\pm 0,2)$ мкм.

Серия	Длина балки, (± 5) мкм	Ширина балки, (± 3) мкм	Толщина балки, мкм			Резонансная частота, кГц			Силовая константа, Н/м		
			мин	тип	макс	мин	тип	макс	мин	тип	макс
CSC05	250	35	0,8	1,0	1,2	14	20	28	0,03	0,1	0,2
NSC05	100	35	1,8	2,0	2,2	190	255	325	5,5	11,5	22,5

Кантилеверы Клинова (Нанотьюнинг)

СЭМ-изображение



Примечания:

Сверхвысокое разрешение.

Вискер из алмазоподобного углерода.

Радиус зонда до 1 нм.

Длина вискера 100–200 нм.

Максимальная высота рельефа 20 нм.

Тип	Длина балки, (±5) мкм	Ширина балки, (±3) мкм	Толщина балки, мкм			Резонансная частота, кГц			Силовая константа, Н/м		
			мин	тип	макс	мин	тип	макс	мин	тип	макс
A	125	30	1,5	2,0	2,5	87	150	230	1,45	5,1	15,1
B	95	30	1,5	2,0	2,5	140	240	390	3,1	11,8	37,6

ПРИЛОЖЕНИЕ 2*

Высокоориентированный пиролитический графит (ВОПГ)

Фотография



Примечания:

Проводящая атомарно-плоская структура широко востребована для СЗМ- и СТМ-измерений. Гидрофобная поверхность предотвращает нежелательную адсорбцию. Химически пассивированный ВОПГ не взаимодействует с исследуемым образцом. Слоистая структура облегчает скалывание графита.

Параметр	Значение	Ед. изм.
Степень чистоты	99,9	%
Структура	Гексагональная	
Расстояние между атомными плоскостями	3,354	Å
Расстояние между соседними атомами в плоскости слоя	1,418	Å
Период калибровочной решетки	2,456	Å
Мозаичность**	0,4 ± 0,1 0,8 ± 0,2 1,7 ± 0,5	°
Размеры	10×10 мм	мм
Количество рабочих сторон	1 или 2	—
Номинальная толщина “2”	2,0 (+0,2)	мм
Номинальная толщина “1,5”	1,5 (+0,2)	мм
Номинальная толщина “1”	1,0 (+0,2)	мм

* <http://www.nanoscopy.ru/equipment/accesories/grafit/>

** Мозаичность определяется рентгенографическими методами и характеризует степень ориентации слоев в графите. Чем меньше мозаичность, тем выше степень ориентации слоев. В идеальном случае все слои параллельны друг другу.

ПРИЛОЖЕНИЕ 3

Перечень калибровочных констант преобразователей Hysitron

Transducer	Parameter	Value	Unit
SN5-141-090	<i>Z Axis</i>		
	Tare (without the tip)	−316.1	mg
	Load Scale Factor (Force)	1	mV/mg
	Displacement Scale Factor (Deflection)	18.140	mV/μm
	Electrostatic Force Constant	0.03647	μN/V ²
	Self-Calibration Check	459.2	mg
	Maximum Force	13.129	mN
	<i>X Axis</i>		
	Load Scale Factor (Force)	3.314	mV/mg
	Displacement Scale Factor (Deflection)	118.000	mV/μm
	Electrostatic Force Constant	0.024	μN/V ²
	Plate Spacing	98.415	μm
	Displacement Offset	−0.034	μm
	Imaging position	10.000	μm
	Displacement Range	16.000	μm
SN5-141-091	<i>Z Axis</i>		
	Tare (without the tip)	−295.5	mg
	Load Scale Factor (Force)	1	mV/mg
	Displacement Scale Factor (Deflection)	18.540	mV/μm
	Electrostatic Force Constant	0.037223	μN/V ²
	Self-Calibration Check	455.5	mg
	Maximum Force	13.400	mN
	<i>X Axis</i>		
	Load Scale Factor (Force)	3.140	mV/mg
	Displacement Scale Factor (Deflection)	112.000	mV/μm
	Electrostatic Force Constant	0.023	μN/V ²
	Plate Spacing	97.988	μm
	Displacement Offset	−0.188	μm
	Imaging position	11.500	μm
	Displacement Range	16.000	μm

ОГЛАВЛЕНИЕ

ВВЕДЕНИЕ	3
РАЗДЕЛ А. ОСНОВЫ СКАНИРУЮЩЕЙ ЗОНДОВОЙ МИКРОСКОПИИ.....	6
1. Методы зондовой микроскопии	6
1.1. Основные принципы сканирующей атомно-силовой микроскопии	6
1.1.1. Контактные методики АСМ.....	10
1.1.2. Колебательные методики АСМ.....	20
1.2. Основы сканирующей туннельной микроскопии	25
1.2.1. Факторы, влияющие на качество СТМ-изображения.....	32
1.2.2. Измерение вольт-амперных характеристик туннельного контакта	35
1.2.3. Зонды для туннельной микроскопии.....	36
1.3. Основы наноиндентирования.....	37
Принципы и техника наноиндентирования	39
2. Формирование и анализ СЗМ-изображений	44
2.1. Регистрация и обработка СЗМ-изображений	44
2.2. Измерение основных характеристик поверхности	51
2.3. Морфологические фильтры	56
3. Приборы зондовой микроскопии.....	63
3.1. Зондовый микроскоп «ФемтоСкан».....	64

3.1.1. Спецификация зондового микроскопа «ФемтоСкан»	65
3.1.2. Устройство микроскопа «ФемтоСкан»	66
3.1.3. Цепь обратной связи.....	71
3.1.4. Структура программного обеспечения	75
3.1.5. Запуск программы управления СЗМ	76
3.1.6. Обработка изображений в пакете ПО «ФемтоСкан Онлайн»	78
3.2. Сканирующий наноиндентор TI 750 Ubi	86
3.2.1. Устройство установки.....	87
3.2.2. Программное обеспечение TriboScan	91
РАЗДЕЛ Б. ЛАБОРАТОРНЫЙ ПРАКТИКУМ	93
4. Устройство и принципы работы зондового микроскопа «ФемтоСкан». Анализ и обработка СЗМ-изображений.....	93
4.1. Цели и задачи работы	94
4.2. Ход работы	94
4.3. Образец отчета	95
Вопросы для самопроверки	96
5. Исследование поверхности твердых тел методом контактной атомно-силовой микроскопии	97
5.1. Цели и задачи работы	97
5.2. Ход работы	97
5.3. Образец отчета	109
Вопросы для самопроверки	110
6. Исследование поверхности твердых тел методом резонансной атомно-силовой микроскопии	111
6.1. Цели и задачи работы	111
6.2. Ход работы	111
6.3. Образец отчета	121
Вопросы для самопроверки	122

7. Сканирующая туннельная микроскопия. Измерение основных характеристик проводящих поверхностей	123
7.1. Цели и задачи работы	123
7.2. Ход работы	123
7.3. Образец отчета	135
Вопросы для самопроверки	136
8. Устройство и принцип работы сканирующего наноиндентора Nysitron TI 750 Ubi. Исследование поверхности методом СЗМ	137
8.1. Цели и задачи работы	137
8.2. Ход работы	138
8.3. Образец отчета	156
Вопросы для самопроверки	157
 СЛОВАРЬ ТЕРМИНОВ.....	 158
 ИСПОЛЬЗОВАННЫЙ БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК	 167
 ПРИЛОЖЕНИЕ 1	 169
 ПРИЛОЖЕНИЕ 2	 175
 ПРИЛОЖЕНИЕ 3	 176

Учебное издание

Ищенко Алексей Владимирович,
Вохминцев Александр Сергеевич,
Огородников Илья Игоревич,
Вайнштейн Илья Александрович

МЕТОДЫ И ПРИБОРЫ СКАНИРУЮЩЕЙ ЗОНДОВОЙ МИКРОСКОПИИ

Редактор *И. В. Меркурьева*
Компьютерный набор *А. В. Ищенко, А. С. Вохминцева,*
И. И. Огородникова
Верстка *Е. В. Ровнушкиной*

Подписано в печать 30.03.2017. Формат 60×84 1/16.
Бумага писчая. Цифровая печать. Усл. печ. л. 10,5.
Уч.-изд. л. 8,7. Тираж 50 экз. Заказ 111.

Редакционно-издательский отдел ИПЦ УрФУ
620049, Екатеринбург, ул. С. Ковалевской, 5
Тел.: 8 (343) 375-48-25, 375-46-85, 374-19-41
E-mail: rio@urfu.ru

Отпечатано в Издательско-полиграфическом центре УрФУ
620075, Екатеринбург, ул. Тургенева, 4
Тел.: 8 (343) 350-56-64, 350-90-13
Факс: 8 (343) 358-93-06
E-mail: press-urfu@mail.ru

